



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.15—2018
代替 GB/T 12690.15—2006

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 第 15 部分：钙量的测定

Chemical analysis methods for non-rare earth impurities of rare earth metals and their oxides—Part 15: Determination of calcium content

2018-07-13 发布

2019-04-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 12690《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法》共分为 19 个部分：

- 第 1 部分：碳、硫量的测定 高频-红外吸收法；
- 第 2 部分：稀土氧化物中灼减量的测定 重量法；
- 第 3 部分：稀土氧化物中水分量的测定 重量法；
- 第 4 部分：氧、氮量的测定 脉冲-红外吸收法和脉冲-热导法；
- 第 5 部分：钴、锰、铅、镍、铜、锌、铝、铬、镁、镉、钒、铁量的测定；
- 第 6 部分：铁量的测定 硫氰酸钾、1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 7 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 8 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：氯量的测定 硝酸银比浊法；
- 第 10 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 11 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：钪量的测定；
- 第 13 部分：钬、钨量的测定；
- 第 14 部分：钛量的测定；
- 第 15 部分：钙量的测定；
- 第 16 部分：氟量的测定 离子选择性电极法；
- 第 17 部分：稀土金属中铈、钽量的测定；
- 第 18 部分：锆量的测定；
- 第 19 部分：砷、汞量的测定。

本部分为 GB/T 12690 的第 15 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 12690.15—2006《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 钙量的测定》。本部分与 GB/T 12690.15—2006 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了方法 1 的测定范围，将氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化铽、氧化镱试样中氧化钙的测定下限由 0.000 5% 调整为 0.000 3%；将氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆试样中氧化钙的测定下限由 0.000 5% 调整为 0.000 2%；所有试样中氧化钙的测定上限由 0.050% 调整为 0.30%（见第 1 章表 1，2006 年版的第 1 章）；
- 方法 1 中增加了铽、镱、镨金属及其氧化物中钙或氧化钙量的测定（见第 1 章表 1）；
- 方法 1 中修改了测定方法，将仅采用基体匹配法进行测定修改为根据基体对钙量测定的干扰情况分别采用基体匹配法和标准加入法进行测定（见 2.1，2006 年版的第 2 章）；
- 修改了方法 1、方法 2 中试样预处理条件，由“900℃灼烧 1h”改为“氧化物试样于 105℃烘 1 h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。金属试样应去掉表面氧化层，取样后立即称量。”（见 2.4、3.4，2006 年版的第 5 章和第 14 章）；
- 修改了方法 1 中重复性和允许差（见 2.8，2006 年版的 8.1）；
- 增加了方法 3 电感耦合等离子体质谱法（见第 4 章）。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)提出并归口。

本部分起草单位：国标(北京)检验认证有限公司(有色金属质量监督检验中心)、江阴加华新材料资

源有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所、包头稀土研究院、虔东稀土集团股份有限公司、全南县新资源稀土有限责任公司、国家钨与稀土产品质量监督检验中心、湖南稀土金属材料研究院、钢研纳克检测技术股份有限公司、江西南方稀土高技术股份有限公司、天津包钢稀土研究院有限责任公司、四川江铜稀土有限责任公司、包头华美稀土高科有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司。

本部分主要起草人：鲍叶琳、李小军、刘鹏宇、姚京璧、谢建伟、田佳、赵萍红、李晨阳、陈益芬、刘文华、温斌、高立红、陈燕、徐娜、姚南红、包香春、张鷟、李建国、刘荣丽、陆翌欣、陈绯宇、康亚先、王安丽、汪金鹏、姚媛芳、邱丽、易师、赵长玉、郭才女、都业俭。

本部分代替了 GB/T 12690.15—2006。

GB/T 12690.15—2006 的历次版本发布情况为：

——GB/T 12690.16—1990；

——GB/T 12690.28—2000。

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 第 15 部分：钙量的测定

1 范围

GB/T 12690 的本部分规定了稀土金属中钙含量及其氧化物中氧化钙含量的测定方法。

本部分适用于稀土金属中钙含量及其氧化物中氧化钙含量的测定。共包含三个方法：方法 1 电感耦合等离子体发射光谱法，方法 2 火焰原子吸收光谱法，方法 3 电感耦合等离子体质谱法。方法 1 测定范围见表 1，方法 2 测定范围：0.010%~0.30%，方法 3 测定范围：0.000 2%~0.050%。当三个方法的分析范围出现重叠时，若试样为镧、铈、铈、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐及其氧化物时，以方法 1 作为仲裁方法；若试样为镨、钕、钕、钕、钕及其氧化物时，以方法 3 作为仲裁方法。

表 1

试样	钙元素质量分数/%	试样	钙元素质量分数/%
氧化镧	0.000 2~0.30	氧化铈	0.000 5~0.30
氧化铈	0.000 3~0.30	氧化钐	0.000 5~0.30
氧化铈	0.000 5~0.30	氧化钐	0.000 5~0.30
氧化钐	0.000 5~0.30	氧化钐	0.000 3~0.30
氧化钐	0.000 5~0.30	氧化钐	0.000 3~0.30
氧化钐	0.000 3~0.30	氧化钐	0.000 2~0.30
氧化钐	0.000 3~0.30	氧化钐	0.000 2~0.30
氧化钐	0.000 2~0.30	—	—

2 方法 1：电感耦合等离子体原子发射光谱法

2.1 方法原理

试料用盐酸或硝酸溶解，在稀酸介质中，直接以氩等离子体光源激发，采用基体匹配法或标准加入法进行光谱测定，计算试样中钙的含量。

2.2 试剂

2.2.1 过氧化氢，优级纯 30%。

2.2.2 盐酸(1+1)，优级纯。

2.2.3 盐酸(1+19)，优级纯。

2.2.4 硝酸(1+1)，优级纯。

2.2.5 氧化钙标准贮存溶液：称取 1.785 7 g 经 110 °C 烘干的无水碳酸钙(光谱纯)于 200 mL 烧杯中，加入 40 mL 盐酸(2.2.2)溶解，煮沸以除尽二氧化碳。冷却至室温，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以