



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.6—2009
代替 GB/T 16484.6—1996

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第6部分：氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods of rare earth chloride
and light rare earth carbonate—
Part 6: Determination of calcium oxide content—
Flame atomic absorption spectrometry

2009-10-30 发布

2010-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 16484—2009《氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法》共分 22 个部分：

- 第 1 部分：氧化铈量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 2 部分：氧化铈量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 3 部分：15 个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 4 部分：氧化钪量的测定 偶氮胂Ⅲ分光光度法；
- 第 5 部分：氧化钡量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 6 部分：氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：氧化钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：氧化镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：氧化锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：氧化铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：硫酸根量的测定；
- 第 13 部分：氯化铵量的测定 蒸馏-滴定法；
- 第 14 部分：磷酸根量的测定 铋磷钼蓝分光光度法；
- 第 15 部分：碳酸轻稀土中氯量的测定 硝酸银比浊法；
- 第 16 部分：氯化稀土中水不溶物量的测定 重量法；
- 第 17 部分：碳酸稀土中水分量的测定；
- 第 18 部分：碳酸轻稀土中灼减量的测定 重量法；
- 第 20 部分：氧化镍、氧化锰、氧化铅、氧化铝、氧化锌、氧化钪量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 21 部分：氧化铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 22 部分：氧化锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 23 部分：碳酸轻稀土中酸不溶物量的测定 重量法。

本部分为 GB/T 1648.6 的第 6 部分。

本部分代替 GB/T 16484.6—1996《氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定氧化钙》。

本部分与 GB/T 16484.6—1996 相比，主要有如下变动：

- 增加了精密度条款；
- 增加了质量保证和控制条款；
- 对标准文本进行了编辑性修改。

本部分由全国稀土标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分参加起草单位：包钢稀土高科技股份有限公司、江阴加华新材料资源有限公司。

本部分主要起草人：陈云红、杨萍、刘文华。

本部分参加起草人：郑昆、描洪英、郑杏琴、陈利芬、谢建伟。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 16484.6—1996。

氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法

第6部分:氧化钙量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 16484 的本部分规定了氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化钙量的测定方法。

本部分适用于氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化钙量的测定。测定范围:0.10%~5.00%。

2 方法原理

试样经盐酸或硝酸溶解。在稀酸介质中,用空气-乙炔火焰,采用标准加入法在原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处测量氧化钙的吸光度,计算试样中氧化钙的量。

3 试剂和材料

3.1 过氧化氢(30%)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 氧化钙标准贮存溶液:称取 1.784 8 g 经 110 °C 烘干并冷却至室温的碳酸钙于 200 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸(3.3)溶解、煮沸除尽二氧化碳,冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钙。

3.5 氧化钙标准溶液:移取 10.00 mL 氧化钙标准贮存溶液(3.4)于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μ g 氧化钙。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附钙空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

——灵敏度:在与测量样品溶液的基体相一致的溶液中,钙的特征浓度应不大于 0.11 μ g/mL。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是零标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.7。

5 试样

5.1 氯化稀土试样的制备:将试样破碎,迅速置于称量瓶中,立即称量。

5.2 碳酸轻稀土试样的制备:试样开封后立即称量。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。