

ICS 77.120.99
H 14



中华人民共和国国家标准

GB/T 18114.3—2010
代替 GB/T 18114.3—2000

GB/T 18114.3—2010

稀土精矿化学分析方法 第3部分：氧化钙量的测定

Chemical analysis methods of rare earth concentrates—
Part 3: Determination of calcium oxide content

中华人民共和国
国家标准
稀土精矿化学分析方法
第3部分：氧化钙量的测定
GB/T 18114.3—2010

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

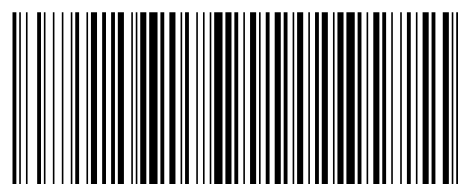
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2011年7月第一版 2011年7月第一次印刷

书号：155066·1-42504 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533



GB/T 18114.3—2010

2011-01-14 发布

2011-11-01 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

表 6

氧化钙质量分数/%	允许差/%
2.00~5.00	0.30
>5.00~10.00	0.35
>10.00~20.00	0.40

17 质量保证和控制

每周用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时,应首先使用)校核一次本标准分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。

前 言

GB/T 18114《稀土精矿化学分析方法》共分 11 个部分:

- 第 1 部分:稀土氧化物总量的测定 重量法;
- 第 2 部分:氧化钪量的测定;
- 第 3 部分:氧化钙量的测定;
- 第 4 部分:氧化铈、氧化镨、氧化钽量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;
- 第 5 部分:氧化铝量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;
- 第 6 部分:二氧化硅量的测定;
- 第 7 部分:氧化铁量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 8 部分:十五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 9 部分:五氧化二磷量的测定 磷钼钼蓝分光光度法;
- 第 10 部分:水分的测定 重量法;
- 第 11 部分:氟量的测定 EDTA 滴定法。

本部分为第 3 部分。

本部分是对 GB/T 18114.3—2000《独居石精矿化学分析方法 氧化钙量的测定》的修订。

本部分与 GB/T 18114.3—2000 相比,主要有如下变动:

- 增加了 EDTA 的测定方法;
- 火焰原子吸收方法中的测定范围由 0.50%~5.00%调整为 0.50%~3.00%;
- 增加了精密度条款;
- 增加了质量保证和控制条款。

两个方法的分析范围出现重叠时,以方法 1 为仲裁方法。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分由包头稀土研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法 1 由包头稀土研究院起草。

本部分方法 1 由内蒙古包钢稀土(集团)高科技股份有限公司、赣州有色冶金研究所参加起草。

本部分方法 1 主要起草人:包香春、张立锋、崔爱端。

本部分方法 1 参加起草人:李淑萍、曹俊杰、张桂梅、陈涛、赖剑。

本部分方法 2 由包头稀土研究院起草。

本部分方法 2 由内蒙古包钢稀土(集团)高科技股份有限公司、湖南稀土金属材料研究院参加起草。

本部分方法 2 主要起草人:周凯红、张翼明。

本部分方法 2 参加起草人:吴广伟、周晓东、曹俊杰、刘荣丽、崔益新。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 18114.3—2000。

- 12.12 硫酸钾溶液(20 g/L)。
- 12.13 氢氧化钾溶液(400 g/L)。
- 12.14 六次甲基四胺溶液(200 g/L)。
- 12.15 二甲酚橙指示剂(1 g/L)。
- 12.16 硫酸镁溶液(50 g/L)。
- 12.17 氯化铵洗液:氯化铵溶液(20 g/L)加入氨水调节 pH=9。
- 12.18 碳酸钠洗液(10 g/L)。
- 12.19 锌标准溶液[$c(\text{Zn})=0.010\ 00\ \text{mol/L}$]:称取 0.162 5 g 纯金属锌(纯度>99.99%,去掉表面氧化层)于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 水,10 mL 盐酸(12.9)低温加热至完全溶解。溶液移入 250 mL 容量瓶中,加 5 mL 盐酸(12.9),以水稀释至刻度,混匀。
- 12.20 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液[$c(\text{EDTA})=0.010\ \text{mol/L}$]。
- 12.20.1 称取 3.72 g 的 EDTA 于 250 mL 烧杯中,以少量水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。
- 12.20.2 移取 15.00 mL 锌标液(12.19)于 250 mL 三角瓶中,加 50 mL 水,用盐酸(12.9)或氨水(12.8)调节溶液 pH 为 5~5.5,加 5 mL 六次甲基四胺(12.14),2 滴二甲酚橙(12.15),用 EDTA 标准溶液(12.20.1)滴定至溶液由紫红色变为亮黄色,即为终点。平行标定 3 份,所消耗 EDTA 标准溶液(12.20.1)体积的极差值应不超过 0.10 mL,取其平均值。

按式(2)计算 EDTA 标准溶液(12.20.1)的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \times V_3}{V_4} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c_0 ——锌标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 ——移取锌标准溶液(12.19)的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——滴定锌消耗 EDTA 标准溶液(12.20.1)的体积,单位为毫升(mL)。

13 试样

- 13.1 试样的粒度应研磨至通过 0.074 mm 筛。
- 13.2 试样经 105 °C~110 °C 干燥 2 h,置于干燥器中,冷却至室温。

14 分析步骤

14.1 试料

根据氧化钙的质量分数,按表 4 称取试料(精确至 0.000 1 g)。

表 4

氧化钙质量分数/%	称样量/g	分取体积/mL
2.00~5.00	0.5	50
>5.00~10.00	0.4	25
>10.00~15.00	0.35	20
>15.00~20.00	0.25	20
>20.00	0.2	20

14.2 测定次数

称取两份试料(14.1)进行平行测定,取其平均值。

稀土精矿化学分析方法 第 3 部分:氧化钙量的测定

1 范围

GB/T 18114 的本部分规定了稀土精矿中氧化钙含量的测定方法。

本部分适用于稀土精矿中氧化钙含量的测定。方法 1 测定范围:0.50%~3.00%;方法 2 测定范围:2.00%~20.00%。

方法 1 火焰原子吸收光谱法

2 原理

试料经氢氧化钠-过氧化钠熔融分解,热水浸出。以氯化锶和 EDTA 消除共存离子的干扰。在 5% 的盐酸介质中,采用标准加入法,于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 处测定氧化钙量。

3 试剂

- 3.1 氢氧化钠。
- 3.2 过氧化钠。
- 3.3 盐酸($\rho=1.19\ \text{g/mL}$)。
- 3.4 过氧化氢(30%)。
- 3.5 盐酸(1+1)。
- 3.6 盐酸(1+19)。
- 3.7 氢氧化钠洗液(20 g/L)。
- 3.8 氯化锶溶液(100 g/L)。
- 3.9 EDTA 溶液(40 g/L)。
- 3.10 氧化钙标准贮存溶液:称取 0.178 5 g 碳酸钙($w>99.99\%$)(预先经 105 °C~110 °C 干燥至恒重),加 10 mL 水,再加 10 mL 盐酸(3.3)溶解,移入 100 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。
- 3.11 氧化钙标准溶液:分取 5.00 mL 氧化钙标准贮存溶液(3.10)于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸溶液(3.5),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 氧化钙。
- 3.12 乙炔气($w>99.99\%$)。

4 仪器

原子吸收光谱仪,配有钙空心阴极灯及空气-乙炔燃烧器。

5 试样

- 5.1 试料的粒度应研磨至通过 0.074 mm 筛。
- 5.2 试料经 105 °C~110 °C 烘 2 h,置于干燥器中冷却至室温。