



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.3—1996

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化钐、 氧化铕和氧化钇量的测定

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate
—Determination of lanthanum oxide, cerium oxide, praseodymium
oxide, neodymium oxide, samarium oxide, europium
oxide and yttrium content

1996-07-09 发布

1997-01-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钹、氧化钆、 氧化铕和氧化铈量的测定

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate GB/T 16484.3—1996
—Determination of lanthanum oxide, cerium oxide, praseodymium oxide,
neodymium oxide, samarium oxide, europium
oxide and yttrium content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氯化稀土、碳酸稀土中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钹、氧化钆、氧化铕和氧化铈含量的测定方法。

本标准适用于氯化稀土、碳酸稀土中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钹、氧化钆、氧化铕和氧化铈含量的测定。测定范围见表1。

表1

氧化物	测定范围, %	氧化物	测定范围, %
氧化镧	2.00~40	氧化钆	2.00~30
氧化铈	2.00~60	氧化铕	0.025~1
氧化镨	2.00~30	氧化铈	0.025~1
氧化钹	2.00~40		

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

试样以盐酸溶解,在稀盐酸介质中,直接以氙等离子光源激发,进行光谱测定。以系数校正法校正被测元素间的光谱干扰。

4 试剂和材料

4.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.2 盐酸(1+1)。

4.3 硝酸(1+1)。

4.4 过氧化氢(30%)。

国家技术监督局1996-07-09批准

1997-01-01实施

4.5 氩气, >99.99%。

4.6 氧化镧标准溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 的氧化镧(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.1),低温溶解后,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化镧。

4.7 氧化铈标准溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 的氧化铈(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(4.3),加 10 mL 过氧化氢(4.4),低温溶解后,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化铈。

4.8 氧化镨标准溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 的氧化镨(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温溶解后,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化镨。

4.9 氧化钹标准溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 的氧化钹(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温溶解后,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钹。

4.10 氧化钐标准溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 的氧化钐(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温溶解后,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钐。

4.11 氧化铀标准溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 的氧化铀(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温溶解后,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化铀。

4.12 氧化钇标准溶液:称取 0.100 0 g 经 850℃灼烧 1 h 的氧化钇(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温溶解后,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钇。

5 仪器

5.1 计算机控制顺序扫描单色仪:倒数线散率不大于 0.26 nm/mm。

5.2 光源:等离子光源,功率 2.5 kW。

6 试样

6.1 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。

6.2 碳酸稀土试样的制备:将试样于 105℃烘烤 1.5 h,置于干燥器中,冷却至室温,立即称量。

7 分析步骤

7.1 分析试液的配制

7.1.1 称取 2.000 0 g 试样(6),置于 200 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(4.2),于低温溶解后冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,混匀。

7.1.2 移取 10.00 mL 试液(1.7.1)于 100 mL 容量瓶中,加 5 mL HCl(4.1),用水稀至刻度,混匀待测。

7.2 标样溶液的配制

将各稀土标准溶液(4.6~4.12)按表 2 分别移入五个 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(4.2),以水稀释至刻度,混匀,制得五个标样溶液。

表 2

标样溶液号	各稀土(以氧化物计)浓度, $\mu\text{g/mL}$														
	氧化镧	氧化铈	氧化镨	氧化钕	氧化钐	氧化铈	氧化钇	氧化铽	氧化镱	氧化铈	氧化钬	氧化铈	氧化铈	氧化铈	氧化铈
1	400	600	300	400	300	10.0	10.0	25	25	25	25	15	15	15	100
2	200	300	150	200	150	5.0	5.0	12.5	12.5	12.5	12.5	7.5	7.5	7.5	50
3	100	150	75	100	75	2.5	2.5	6.25	6.25	6.25	6.25	3.75	3.75	3.75	25
4	50	75	37.5	50	37.5	1.25	1.25	3.13	3.13	3.13	3.13	1.88	1.88	1.88	12.5
5	10	15	7.5	10	7.5	0.25	0.25	0.63	0.63	0.63	0.63	0.38	0.38	0.38	2.5

7.3 测定

7.3.1 测定条件

等离子光源:入射功率 0.80 kW,反射功率小于 0.005 kW。

氩气流量:冷却气流量 13 L/min,等离子气流量 0.42 L/min。

观测高度:线圈上方 12 mm。

7.3.2 分析线对线性范围见表 3。

表 3

分析线, nm	线性范围, %
La 408.671	1~40
Ce 413.765	1~60
Pr 418.952	1~30
Nd 406.109	1~40
Sm 443.432	1~30
Eu 412.974	0.025~1.0
Y 371.029	0.025~1.0

7.3.3 将分析试液(7.1)与标样溶液(7.2)同时进行氩等离子光谱测定。

8 分析结果的计算与表述

将标样溶液(7.2)的含量直接输入计算机,根据标液和试液的强度值和干扰的校正系数,由计算机计算并输出分析结果。

9 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许相对差。

表 4

氧化物	含量范围, %	允许相对差, %
$\text{La}_2\text{O}_3, \text{Nd}_2\text{O}_3$	2.0~10.0	6
	>10.0~40.0	4
CeO_2	2.0~15.0	6
	>15.0~60.0	4
$\text{Pr}_6\text{O}_{11}, \text{Sm}_2\text{O}_3$	2.0~7.5	6
	>7.5~30.0	4
$\text{Eu}_2\text{O}_3, \text{Y}_2\text{O}_3$	0.025~0.250	6
	>0.25~1.00	4

附加说明：

本标准由国家计委稀土办公室提出。

本标准由北京有色金属研究总院负责起草。

本标准由北京有色金属研究总院，江阴加华新材料资源有限公司起草。

本标准主要起草人刘文华、徐雪青。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法
氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化钐、
氧化铕和氧化铈量的测定

GB/T 16484.3—1996

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 7千字

1996年12月第一版 1998年4月第二次印刷

印数 1 001—1 800

*

书号:155066·1-13308 定价 8.00元

*

标 目 300—66



GB/T 16484.3—1996