



中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.2—1996

氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法 氧化铕量的测定

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate
—Determination of europium oxide 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 氧化铕量的测定

GB/T 16484.2—1996

Methods for chemical analysis of rare earth chloride and carbonate
—Determination of europium oxide content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了氯化稀土、碳酸稀土中氧化铕含量的测定方法。

本标准适用于氯化稀土、碳酸稀土中氧化铕含量的测定。测定范围:0.010%~0.20%。

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。

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%),市售。

4.5 氙气,>99.99%。

4.6 氧化镧标准贮存溶液:称取 1.000 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。用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 氧化镧。

4.7 氧化铈标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 经 850℃灼烧 1 h 的氧化铈(>99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL 硝酸(4.3),滴加过氧化氢(4.4),低温加热溶解至清亮,取下冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 氧化铈。

4.8 氧化镨标准贮存溶液:称取 0.200 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),低温加热溶解后,取下冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 氧化镨。

4.9 氧化钕标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 经 850℃灼烧 1 h 的氧化钕(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解后,取下冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 氧化钕。

4.10 氧化钐标准贮存溶液:称取 0.200 0 g 经 850℃灼烧 1 h 的氧化钐(>99.99%),置于 100 mL 烧

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施

杯中,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解后,取下冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 氧化钐。

4.11 氧化铕标准贮存溶液:称取 0.200 0 g 经 850℃灼烧 1 h 的氧化铕(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解后,取下冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 氧化铕。

4.12 氧化钆标准贮存溶液:称取 0.200 0 g 经 850℃灼烧 1 h 的氧化钆(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.2),低温加热溶解后,取下冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 氧化钆。

4.13 氧化铽标准贮存溶液:称取 0.200 0 g 经 850℃灼烧 1 h 的氧化铽(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(4.3),加 10 mL 过氧化氢(4.4),低温加热溶解后,取下冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 氧化铽。

4.14 氧化铈标准贮存溶液:称取 0.200 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 盐酸(4.2),低温加热溶解后,取下冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 氧化铈。

5 仪器

5.1 计算机控制顺序扫描单色仪:倒数线色散率不大于 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℃~110℃烘 2 h,置于干燥器中,冷却至室温。

7 分析步骤

7.1 分析试液的配制

7.1.1 准确称取 2.000 0 g 试样(6),置于 200 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(4.2),低温溶解后,取下冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.1.2 移取 10.00 mL 试液(7.1.1)于 100 mL 容量瓶中,加 5 mL 盐酸(4.1),用水稀释至刻度,混匀待测。

7.2 标样溶液的制备

将各稀土标准贮存溶液(4.6~4.14)按表 1 分别移入两个 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(4.2),以水稀释至刻度,混匀。制得两个标样溶液。

表 1

标号	氧化物含量, $\mu\text{g/mL}$								
	La_2O_3	CeO_2	Pr_6O_{11}	Nd_2O_3	Sm_2O_3	Eu_2O_3	Gd_2O_3	Tb_4O_7	Y_2O_3
一号标样	250.0	500.0	50.0	150.0	35.0	2.0	5.0	0.5	2.5
二号标样	25.0	50.0	5.0	15.0	3.5	0.20	0.5	0.05	0.25

7.3 测定

7.3.1 测定条件

等离子光源:入射功率 0.75 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 0.40 L/min。

观测高度:线圈上方 12 mm。

分析线对及线性范围:分析线:272.7 nm;线性范围:0.01%~0.20%。

7.3.2 将分析试液(7.1.2)与标样溶液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,由计算机计算并输出分析结果。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许相对差。

表 2

氧化物	含量范围, %	允许相对差, %
Eu ₂ O ₃	0.010~0.100	12
	>0.100~0.200	6

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。

本标准由包钢稀土研究院起草。

本标准主要起草人王琳。

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
氧化铈量的测定

GB/T 16484.2—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 6 千字
1996 年 12 月第一版 1996 年 12 月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-13307 定价 8.00 元

*

标 目 300—65



GB/T 16484.2—1996