

ICS 71.060.50  
H 14

9709724



# 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



C9709724

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

\*  
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 5.00 元

\*  
标 目 300—65

## 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,直接以氩等离子光源激发,进行光谱测定。

## 4 试剂和材料

4.1 盐酸( $\rho 1.19 \text{ g/mL}$ )。

4.2 盐酸(1+1)。

4.3 硝酸(1+1)。

4.4 过氧化氢(30%),市售。

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

4.11 氧化铕标准贮存溶液:称取0.2000g经850℃灼烧1h的氧化铕(>99.99%),置于100mL烧杯中,加入10mL盐酸(4.2),低温加热溶解后,取下冷却。移入100mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1mL含2mg氧化铕。

4.12 氧化钆标准贮存溶液:称取0.2000g经850℃灼烧1h的氧化钆(>99.99%),置于100mL烧杯中,加入10mL盐酸(4.2),低温加热溶解后,取下冷却。移入100mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1mL含2mg氧化钆。

4.13 氧化铽标准贮存溶液:称取0.2000g经850℃灼烧1h的氧化铽(>99.99%),置于100mL烧杯中,加入20mL硝酸(4.3),加10mL过氧化氢(4.4),低温加热溶解后,取下冷却。移入100mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1mL含2mg氧化铽。

4.14 氧化钇标准贮存溶液:称取0.2000g经850℃灼烧1h的氧化钇(>99.99%),置于100mL烧杯中,加入10mL盐酸(4.2),低温加热溶解后,取下冷却。移入100mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1mL含2mg氧化钇。

## 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0.26nm/mm。

5.2 光源:等离子光源:功率2.5kW。

## 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2h,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2.0000g试样(6),置于200mL烧杯中,加10mL盐酸(4.2),低温溶解后,取下冷却。移入100mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.1.2 移取10.00mL试液(7.1.1)于100mL容量瓶中,加5mL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100mL容量瓶中,加10mL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,μg/mL								
	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CeO <sub>2</sub>	Pr <sub>6</sub> O <sub>11</sub>	Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Eu <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Tb <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
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0.75kW,反射功率小于0.005kW。

氩气流量:冷却气流量13L/min,等离子气流量0.40L/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 <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	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。