

有色金属工业标准汇编

稀土金属及其合金化学分析方法

中国标准出版社第二编辑室 编

中国标准出版社

有色金属工业标准汇编

稀土金属及其合金化学分析方法

中国标准出版社第二编辑室 编

中国标准出版社

2.
之
羊分

式样
式样

已录

9

图书在版编目 (CIP) 数据

有色金属工业标准汇编·稀土金属及其合金化学分析方法/中国标准出版社第二编辑室编. —北京: 中国标准出版社, 2000. 12

ISBN 7-5066-2342-0

I. 有… II. 中… III. ①有色金属-标准-汇编-中国②稀土金属-化学分析-标准-汇编-中国③稀土金属合金-化学分析-标准-汇编-中国 IV. TG146-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2000) 第 78774 号

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 33 字数 1016 千字

2001 年 3 月第一版 2001 年 3 月第一次印刷

*

印数 1—2 000 定价 92.00 元

*

标目 432—02

出版说明

近年来,国家质量技术监督局及有色金属行业主管部门对一大批有色金属国家标准和行业标准进行了制定或修订,为及时跟踪有色金属标准制修订的进展情况,查阅和使用最新的标准文本,我们编辑了《有色金属工业标准汇编》系列。

本册《有色金属工业标准汇编 稀土金属及其合金化学分析方法》主要收集了氧化铈、氧化钇、氧化钆、氧化铽、农用硝酸稀土、氧化镨、硝酸钆、氯化稀土、碳酸稀土、独居石精矿、六硼化钨等稀土重金属及其合金的化学分析方法标准。

本汇编收集的国家标准的属性已在本目录上标明(GB或GB/T),年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的,现尚未修订,故正文部分仍保留原样;读者在使用这些国家标准时,其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

本汇编目录中,凡标准名称用括号注明原国家标准号“(原GB××××—××)”的行业标准,均由国家标准转化而来,这些标准因未另出版行业标准文本(即仅给出行业标准号,正文内容完全不变),故本汇编中正文部分仍为原国家标准。

本汇编所包括的标准由于出版年代不同,其格式、符号代号、计量单位乃至名词术语不尽相同。这次汇编时,只对原标准中技术内容上的错误以及其他方面明显不妥之处做了更正。

本汇编收集了截止到2000年10月由国家质量技术监督局和国家有色金属工业局发布的国家标准和行业标准,共144个。其中国家标准135个,行业标准9个。收入本汇编中的所有国家标准和行业标准都是现行的、有效的。

编 者

2000年11月

目 录

GB/T 8762.1—1988	荧光级氧化钇和氧化铕中稀土氧化物总量测定 乙二胺四乙酸二钠容量法	1
GB/T 8762.2—1988	荧光级氧化钇和氧化铕中氧化钙量测定 一氧化二氮-乙炔火焰原子吸收分光光度法	3
GB/T 8762.3—1988	荧光级氧化钇中酸溶性二氧化硅量测定 钼蓝分光光度法	7
GB/T 8762.4—1988	荧光级氧化钇中氧化铁、氧化铅、氧化镍和氧化铜量测定 发射光谱法	10
GB/T 8762.5—1988	荧光级氧化钇中微量稀土氧化物测定 化学光谱和直接光谱法	15
GB/T 8762.6—1988	荧光级氧化铕中氧化铅、氧化镍、氧化铁和氧化铜量测定 发射光谱法	22
GB/T 8762.7—1988	荧光级氧化铕中氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钪和氧化镱量测定 化学光谱和直接光谱法	26
GB/T 8762.8—2000	氧化铕化学分析方法 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定氧化铕中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钪、氧化钇、氧化铈、氧化镱、氧化铟、氧化铊、氧化铋和氧化铷量	32
GB/T 11065.1—1989	钐铕钆富集物化学分析方法 重量法测定稀土氧化物总量	38
GB/T 11065.2—1989	钐铕钆富集物化学分析方法 P507 萃淋树脂分离 DTPA 滴定法测定氧化钐、氧化铕、氧化钆和氧化铷量	41
GB/T 11065.3—1989	钐铕钆富集物化学分析方法 X 射线荧光光谱法测定氧化钐、氧化铕、氧化钆和氧化铷量	45
GB/T 11074.1—1989	氧化钐化学分析方法 发射光谱法测定氧化镨、氧化钆、氧化铕、氧化钆和氧化铷量(一)	49
GB/T 11074.2—1989	氧化钐化学分析方法 发射光谱法测定氧化镨、氧化钆、氧化铕、氧化钆和氧化铷量(二)	52
GB/T 11074.3—1989	氧化钐化学分析方法 硫氰酸钾、1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量	56
GB/T 11074.4—1989	氧化钐化学分析方法 1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量	59
GB/T 11074.5—1989	氧化钐化学分析方法 钼蓝光度法测定酸溶硅量	62
GB/T 11074.6—1989	氧化钐化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定氧化钙量	65
GB/T 11074.7—1989	氧化钐化学分析方法 硫氰酸汞-硝酸铁分光光度法测定氯量	69
GB/T 12144—2000	氧化铈	72
GB/T 12687.1—1990	农用硝酸稀土化学分析方法 重量法测定稀土氧化物总量	76
GB/T 12687.2—1990	农用硝酸稀土化学分析方法 汞量法测定氯含量	79
GB/T 12687.3—1990	农用硝酸稀土化学分析方法 发生氢化物火焰原子吸收光谱法测定砷含量	82
GB/T 12687.4—1990	农用硝酸稀土化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定汞含量	88
GB/T 12687.5—1990	农用硝酸稀土化学分析方法 二苯氨基脲分光光度法测定铬含量	91

GB/T 12687.6—1990	农用硝酸稀土化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铅、镉含量	94
GB/T 12687.7—1990	农用硝酸稀土化学分析方法 Cl-TBP 萃淋树脂分离分光光度法测定钪含量	98
GB/T 12687.8—1990	农用硝酸稀土化学分析方法 重量法测定水不溶物含量	102
GB/T 12690.1—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 电感耦合等离子体发射光谱法测定氧化镧中氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钇、氧化铈量	104
GB/T 12690.2—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 发射光谱法测定氧化镧中氧化钆、氧化铈、氧化镨、氧化钇和氧化铈量	107
GB/T 12690.3—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 发射光谱法测定金属铈及氧化铈中氧化镧、氧化镨、氧化钆、氧化钇和氧化铈量	111
GB/T 12690.4—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 化学光谱法测定氧化铈中氧化镧、氧化镨、氧化钆、氧化钇和氧化铈量	115
GB/T 12690.5—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 X 射线荧光光谱法测定氧化镨中氧化镧、氧化铈、氧化钆、氧化钇和氧化铈量	119
GB/T 12690.6—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 发射光谱法测定氧化镨中氧化镧、氧化铈、氧化钆、氧化钇和氧化铈量	124
GB/T 12690.7—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 X 射线荧光光谱法测定金属钆和氧化钆中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钇和氧化铈量	127
GB/T 12690.8—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 发射光谱法测定金属钆及氧化钆中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钇和氧化铈量	132
GB/T 12690.9—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 化学光谱法测定氧化氧化钆中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钇和氧化铈量	136
GB/T 12690.10—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 发射光谱法测定氧化钆中氧化钇、氧化铈、氧化钆、氧化镧和氧化铈量	142
GB/T 12690.11—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 发射光谱法测定氧化铈中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钇、氧化铈、氧化钆、氧化钇、氧化铈和氧化铈量	145
GB/T 12690.12—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 脉冲-红外吸收法测定金属钆、金属钇中氧含量	150
GB/T 12690.13—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 高频-红外吸收法测定金属钆、金属钇中碳含量	153
GB/T 12690.14—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 发射光谱法测定氧化镧、氧化铈、氧化钆、氧化钇中钴、铁、锰、铅、铬、镍、铜、锌的氧化物量	156
GB/T 12690.15—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 偶氮胂Ⅲ 分光光度法测定钪量	160
GB/T 12690.16—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定钙量	163
GB/T 12690.17—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 氧化亚氮-乙炔火焰原子吸收光谱法测定钙量	167
GB/T 12690.18—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 硫氰酸汞-硝酸铁分光光度法测定氮量	171
GB/T 12690.19—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量	174
GB/T 12690.20—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 硫氰酸钾、1,10-二氮杂菲分光光度	

	法测定铁量	177
GB/T 12690.21—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 钼蓝分光光度法测定磷量	180
GB/T 12690.22—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 钼蓝分光光度法测定稀土氧化物 中的二氧化硅量	183
GB/T 12690.23—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 钼蓝分光光度法测定酸溶硅量	186
GB/T 12690.24—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 Al-CAS-CTMAB-乙醇四元体系 分光光度法测定铝量	189
GB/T 12690.25—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镁量	192
GB/T 12690.26—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定钠量	196
GB/T 12690.27—1990	稀土金属及其氧化物化学分析方法 重量法测定灼减量	200
GB/T 12690.28—2000	稀土金属及其氧化物化学分析方法 电感耦合等离子体发射光谱法测 定稀土氧化物中氧化钙量	202
GB/T 12690.29—2000	稀土金属及其氧化物化学分析方法 荧光光度法测定稀土氧化物中氧 化铈量	207
GB/T 13560—2000	烧结钕铁硼永磁材料	212
GB/T 14634.1—1993	灯用稀土红色、绿色、蓝色荧光粉试验方法 相对亮度测试方法	219
GB/T 14634.2—1993	灯用稀土红色、绿色、蓝色荧光粉试验方法 色品坐标测试方法	221
GB/T 14635.1—1993	稀土金属及其化合物化学分析方法 草酸盐重量法测定稀土总量	224
GB/T 14635.2—1993	稀土金属及其化合物化学分析方法 EDTA 滴定法测定单一稀土金属及 其化合物中稀土总量	228
GB/T 14635.3—1993	稀土金属及其化合物化学分析方法 EDTA 滴定法测定重稀土金属及其 化合物中稀土总量	232
GB/T 15679.1—1995	钕钴永磁合金粉化学分析方法 钕、钴量的测定	237
GB/T 15679.2—1995	钕钴永磁合金粉化学分析方法 铁量的测定	241
GB/T 15679.3—1995	钕钴永磁合金粉化学分析方法 钙量的测定	245
GB/T 15679.4—1995	钕钴永磁合金粉化学分析方法 氧量的测定	249
GB/T 15917.1—1995	金属镨及氧化镨化学分析方法 发射光谱法测定氧化钐、氧化铈、氧化钕、 氧化铪和氧化钇量	252
GB/T 15917.2—1995	金属镨及氧化镨化学分析方法 电感耦合等离子体发射光谱法测定金属镨 中铜、钼、镍和钛量	255
GB/T 15917.3—1995	金属镨及氧化镨化学分析方法 对氯苯基荧光酮-溴化十六烷基三甲基胺 分光光度法测定钽量	258
GB/T 15917.4—1995	金属镨及氧化镨化学分析方法 脉冲-红外吸收法测定金属镨中氧量	261
GB/T 16477.1—1996	稀土硅铁合金及镁硅铁合金化学分析方法 稀土总量测定	264
GB/T 16477.2—1996	稀土硅铁合金及镁硅铁合金化学分析方法 钙、镁、锰量的测定	270
GB/T 16477.3—1996	稀土硅铁合金及镁硅铁合金化学分析方法 氧化镁量的测定	275
GB/T 16477.4—1996	稀土硅铁合金及镁硅铁合金化学分析方法 硅量测定	279
GB/T 16477.5—1996	稀土硅铁合金及镁硅铁合金化学分析方法 钛量的测定	283
GB/T 16478.1—1996	硝酸钍化学分析方法 水溶解试验	286
GB/T 16478.2—1996	硝酸钍化学分析方法 钍量的测定	287
GB/T 16478.3—1996	硝酸钍化学分析方法 铀量的测定	290

GB/T 16478.4—1996	硝酸钍化学分析方法	磷量的测定	293
GB/T 16478.5—1996	硝酸钍化学分析方法	氯量的测定	296
GB/T 16478.6—1996	硝酸钍化学分析方法	铁量的测定	298
GB/T 16478.7—1996	硝酸钍化学分析方法	钛量的测定	300
GB/T 16478.8—1996	硝酸钍化学分析方法	硅量的测定	303
GB/T 16478.9—1996	硝酸钍化学分析方法	铀量的测定	306
GB/T 16478.10—1996	硝酸钍化学分析方法	稀土总量的测定	309
GB/T 16478.11—1996	硝酸钍化学分析方法	铅量的测定	312
GB/T 16480.1—1996	金属钇及氧化钇化学分析方法	氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钇、氧化铕、氧化钆、氧化铽、氧化镱、氧化铟和氧化镱量的测定	315
GB/T 16480.2—1996	金属钇及氧化钇化学分析方法	钽、钛、铜和镍量的测定	320
GB/T 16480.3—1996	金属钇及氧化钇化学分析方法	氟量的测定	323
GB/T 16480.4—1996	金属钇及氧化钇化学分析方法	硫量的测定	326
GB/T 16480.5—1996	金属钇及氧化钇化学分析方法	金属钇中氮量的测定	333
GB/T 16481—1996	稀土元素微波等离子体炬发射光谱(MPT-AES)标准谱表		336
GB/T 16484.1—1996	氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法	氧化铈量的测定	349
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	352
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、氧化钆、氧化钇、氧化铕和氧化钆量的测定	355
GB/T 16484.4—1996	氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法	氧化钆量的测定	359
GB/T 16484.5—1996	氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法	氯化稀土中氧化钡量的测定	362
GB/T 16484.6—1996	氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法	氧化钙量的测定	366
GB/T 16484.7—1996	氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法	氧化镁量的测定	370
GB/T 16484.8—1996	氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法	氧化钠量的测定	374
GB/T 16484.9—1996	氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法	氧化镍量的测定	378
GB/T 16484.10—1996	氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法	氧化锰量的测定	382
GB/T 16484.11—1996	氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法	氧化铅量的测定	386
GB/T 16484.12—1996	氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法	硫酸根量的测定	390
GB/T 16484.13—1996	氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法	氯化铵量的测定	393
GB/T 16484.14—1996	氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法	磷酸根量的测定	396
GB/T 16484.15—1996	氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法	碳酸稀土中氯量的测定	399
GB/T 16484.16—1996	氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法	氯化稀土中水不溶物量的测定	402
GB/T 16484.17—1996	氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法	碳酸稀土中水分量的测定	404
GB/T 16484.18—1996	氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法	碳酸稀土灼减量的测定	406
GB/T 16484.19—1996	氯化稀土、碳酸稀土化学分析方法	氧化稀土总量的测定	408
GB/T 18113—2000	铬酸钡高温电热元件		411
GB/T 18114.1—2000	独居石精矿化学分析方法	稀土和钍氧化物总量的测定	415
GB/T 18114.2—2000	独居石精矿化学分析方法	氧化钍量的测定	418
GB/T 18114.3—2000	独居石精矿化学分析方法	氧化钙量的测定	420
GB/T 18114.4—2000	独居石精矿化学分析方法	氧化钛量的测定	423
GB/T 18114.5—2000	独居石精矿化学分析方法	氧化镨量的测定	425
GB/T 18114.6—2000	独居石精矿化学分析方法	氧化硅量的测定	428
GB/T 18114.7—2000	独居石精矿化学分析方法	氧化铁量的测定	430

GB/T 18114.8—2000	独居石精矿化学分析方法	氧化钪量的测定	432
GB/T 18114.9—2000	独居石精矿化学分析方法	氧化磷量的测定	435
GB/T 18114.10—2000	独居石精矿化学分析方法	水分的测定	437
GB/T 18115.1—2000	稀土氧化物化学分析方法	电感耦合等离子体发射光谱法测定氧化镧中 氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钪、氧化镱、氧化钕、氧化钐、氧化铈、氧化镱、氧化铈、 氧化铈、氧化铈、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	438
GB/T 18115.2—2000	稀土氧化物化学分析方法	电感耦合等离子体发射光谱法测定氧化铈中 氧化镧、氧化镨、氧化钆、氧化钪、氧化镱、氧化钕、氧化钐、氧化铈、氧化镱、氧化铈、 氧化铈、氧化铈、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	443
GB/T 18115.3—2000	稀土氧化物化学分析方法	电感耦合等离子体发射光谱法测定氧化镨中 氧化镧、氧化铈、氧化钆、氧化钪、氧化镱、氧化钕、氧化钐、氧化铈、氧化镱、氧化铈、 氧化铈、氧化铈、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	447
GB/T 18115.4—2000	稀土氧化物化学分析方法	电感耦合等离子体发射光谱法测定氧化钆中 氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钪、氧化镱、氧化钕、氧化钐、氧化铈、氧化镱、 氧化铈、氧化铈、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	451
GB/T 18115.5—2000	稀土氧化物化学分析方法	电感耦合等离子体发射光谱法测定氧化钪中 氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钪、氧化镱、氧化钕、氧化钐、氧化铈、氧化镱、 氧化铈、氧化铈、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	455
GB/T 18115.6—2000	稀土氧化物化学分析方法	电感耦合等离子体发射光谱法测定氧化钐中 氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钪、氧化镱、氧化钕、氧化钐、氧化铈、氧化镱、 氧化铈、氧化铈、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	459
GB/T 18115.7—2000	稀土氧化物化学分析方法	电感耦合等离子体发射光谱法测定氧化铈中 氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钪、氧化镱、氧化钕、氧化钐、氧化铈、氧化镱、 氧化铈、氧化铈、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	463
GB/T 18115.8—2000	稀土氧化物化学分析方法	电感耦合等离子体发射光谱法测定氧化镱中 氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钪、氧化镱、氧化钕、氧化钐、氧化铈、氧化镱、 氧化铈、氧化铈、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	467
GB/T 18115.9—2000	稀土氧化物化学分析方法	电感耦合等离子体发射光谱法测定氧化钐中 氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钪、氧化镱、氧化钕、氧化钐、氧化铈、氧化镱、 氧化铈、氧化铈、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	471
GB/T 18115.10—2000	稀土氧化物化学分析方法	电感耦合等离子体发射光谱法测定氧化铈中 氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钪、氧化镱、氧化钕、氧化钐、氧化铈、氧化镱、 氧化铈、氧化铈、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	475
GB/T 18116.1—2000	氧化钐化学分析方法	电感耦合等离子体原子发射光谱法测定氧化钐 中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钪、氧化镱、氧化钕、氧化钐、氧化铈、氧化镱、 氧化铈、氧化铈、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	479
GB/T 18116.2—2000	氧化钐化学分析方法	电感耦合等离子体原子发射光谱法测定氧化钐 中氧化镨量	485
GB/T 18116.3—2000	氧化钐化学分析方法	荧光光度法测定氧化钐中氧化镨量	487
XB/T 601.1—1993	六硼化镧化学分析方法	酸碱滴定法测定硼量	489
XB/T 601.2—1993	六硼化镧化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定钙量	492
XB/T 601.3—1993	六硼化镧化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定镁量	496
XB/T 601.4—1993	六硼化镧化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定铜量	500
XB/T 601.5—1993	六硼化镧化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定锰量	503

XB/T 601.6—1993	六硼化镧化学分析方法	硅钼蓝分光光度法测定酸溶硅量	507
XB/T 601.7—1993	六硼化镧化学分析方法	1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量	510
XB/T 601.8—1993	六硼化镧化学分析方法	二苯氨基脲分光光度法测定铬量	513
XB/T 601.9—1993	六硼化镧化学分析方法	高频感应燃烧红外线吸收法测定碳量	516

注：本汇编收集的国家标准的属性已在本目录上标明(GB 或 GB/T)，年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的，现尚未修订，故正文部分仍保留原样；读者在使用这些国家标准时，其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

中华人民共和国国家标准

荧光级氧化钇和氧化铕中稀土氧化物 总量测定 乙二胺四乙酸二钠容量法

UDC 661.866+661
.866.1:543.062

GB 8762.1—88

Yttrium oxide and europium oxide of phosphor grade—
Determination of total rare earth oxide content—
EDTA volumetric method

本标准适用于荧光级氧化钇和氧化铕中稀土氧化物总量的测定。测定范围:95%~100%。

本标准遵守 GB 1467—78 《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用盐酸溶解。在 pH 5.5 下,以二甲酚橙作指示剂,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液滴定至终点。

2 试剂

2.1 盐酸(1+1)。

2.2 氨水(1+1)。

2.3 二甲酚橙溶液,(0.1%)。

2.4 六次甲基四胺缓冲溶液(pH5.5):称取 200 g 六次甲基四胺于 500 mL 烧杯中,加入 200 mL 水溶解,加入 70 mL 盐酸,混匀,置于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

2.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液(0.020 00mol/L):称取 14.889 g 经 80℃烘干 2 h 的基准 EDTA 于 250 mL 烧杯中,以少量水溶解,移入 2 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此标准溶液的浓度为 0.020 00mol/L。

2.6 精密 pH 试纸。

2.7 铂坩埚(25~30 mL)。

3 设备

高温炉(大于 1 000℃)。

4 分析步骤

4.1 试样处理

将试样置于铂坩埚(2.7)内,放入 1 000℃的高温炉内灼烧 1 h,取出后置于干燥器内冷却至室温。

4.2 测定数量

称取 2 份试样进行测定,取其平均值。

4.3 试样量

称取 0.500 0 g 试样(4.1)。

4.4 测定

4.4.1 将试样(4.3)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(2.1),盖上表面皿,在电炉上缓慢加热溶

解,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.4.2 移取 10.00 mL 溶液(4.4.1)于 250 mL 三角烧瓶中,加入 40 mL 水,用氨水(2.2)及盐酸(2.1)调节溶液 pH5~5.5,加 10 mL 六次甲基四胺缓冲溶液(2.4),混匀。加入二滴二甲酚橙溶液(2.3),用 EDTA 标准溶液(2.5)滴定至溶液由紫红变为亮黄色,即为终点,记下消耗 EDTA 标准溶液的体积。

5 分析结果的计算

按下式计算氧化钇中的稀土氧化物百分含量:

$$Y_2O_3(\%) = 225.81/2 \cdot \frac{V \cdot M \cdot V_1}{m_0 \cdot V_2 \times 10^3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

按下式计算氧化铕中的稀土氧化物百分含量:

$$Eu_2O_3(\%) = 351.91/2 \cdot \frac{V \cdot M \cdot V_1}{m_0 \cdot V_2 \times 10^3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: V —— 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的消耗体积, mL;

M —— 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的浓度, mol/L;

V_1 —— 试液总体积, mL;

V_2 —— 分取试液体积, mL;

m_0 —— 试样量, g。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
稀土氧化物总量	允许差	
95~99	0.5	
>99~100	0.4	

附加说明:

本标准由北京有色金属研究总院和上海跃龙化工厂负责起草。

本标准由上海跃龙化工厂起草。

本标准主要起草人陆世鑫、林文英。

中华人民共和国国家标准

荧光级氧化钇和氧化铕中氧化钙量 测定 一氧化二氮-乙炔火焰 原子吸收分光光度法

UDC 661.866+661
.866.1:543.062

GB 8762.2—88

Yttrium oxide and europium oxide of phosphor grade—
Determination of calcium oxide content— $N_2O-C_2H_2$
flame atomic absorption spectrophotometric method

本标准适用于荧光级氧化钇和氧化铕中氧化钙的测定。测定范围:0.000 30%~0.005 0%。
本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用盐酸分解。在 2% (V/V) 盐酸介质中,以基体氧化钇或氧化铕作释放剂,采用标准加入法,于原子吸收分光光度计波长 422.7 nm 处,以一氧化二氮-乙炔火焰进行氧化钙的测定。

2 试剂

2.1 盐酸,优级纯(ρ 1.19),蒸馏提纯。

2.2 盐酸(1+1)。

2.3 三次离子交换水。

2.4 氧化钙标准贮存溶液:称取 0.178 4 g 预先于 105~110℃ 烘 2 h 并在干燥器中冷却至室温的碳酸钙(99.99%),置于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 水(2.3),滴加盐酸(2.1)至完全溶解并过量 10 mL,煮沸驱除二氧化碳。冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水(2.3)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 0.1 mg 氧化钙。

2.5 氧化钙标准溶液:移取 50.00 mL 氧化钙标准贮存溶液(2.4),置于 500 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(2.1),用水(2.3)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 氧化钙。

3 仪器

原子吸收分光光度计,配备一氧化二氮-乙炔燃烧器和钙空心阴极灯。

所用原子吸收分光光度计应达到下列指标:

最低灵敏度:工作曲线中所用等差浓度标准溶液的最高浓度标准溶液的吸光度应不小于 0.350。

工作曲线线性:等差浓度标准溶液中,最高与次高浓度标准溶液的吸光度之差,应不小于最低浓度标准溶液与零浓度溶液吸光度差值的 0.9 倍。

最低稳定性:工作曲线中所用最高浓度标准溶液与零浓度溶液多次测量(不得小于 11 次)得到的吸光度相对于最高浓度标准溶液的吸光度平均值的变异系数,应分别小于 1.0% 和 0.3%。最低稳定性中变异系数的计算见附录 A。

GGX-2 型原子吸收分光光度计的工作条件参数见附录 B。

4 分析步骤

4.1 测定数量

对同一试样应独立进行两次测定,取其平均值。

4.2 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

氧化钙含量 %	试样量 g	盐酸 mL
0.000 30~0.001 0	2.000	10
>0.001 0~0.003 0	1.500	7.5
>0.003 0~0.005 0	1.000	5

4.3 空白试验

随同试样做空白试验,并用标准加入法求出空白值。求出的空白值不得大于 0.05 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.4 测定

4.4.1 将试样(4.2)置于 50 mL 烧杯中,按表 1 加入盐酸(2.2),盖上表面皿,加热缓慢溶解,蒸发到近干。取下稍冷,用水(2.3)吹洗表面皿和烧杯壁。加热使盐类溶解,取下冷至室温,移入 50 mL 容量瓶内,以水(2.3)稀释至刻度,混匀。

4.4.2 移取 4 份 5 mL(4.4.1)试液,分别置于 10 mL 容量瓶内,各加入 0.0、0.50、1.00、1.50 mL 氧化钙标准溶液(2.5),以水(2.3)稀释至刻度,混匀。

4.4.3 将溶液(4.4.2)于原子吸收分光光度计波长 422.7 nm 处,用一氧化二氮-乙炔火焰,以水(2.3)调零,测量其吸光度。

4.4.4 以氧化钙浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线。将曲线反向延长与横坐标相交处的浓度值即为被测溶液的氧化钙浓度。

5 分析结果的计算

按下式计算氧化钙的百分含量:

$$\text{CaO}(\%) = \frac{(c_2 - c_1) \cdot V}{m_0 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c_1 ——标准加入法求得的空白溶液的氧化钙浓度, $\mu\text{g/mL}$;

c_2 ——标准加入法求得的被测溶液的氧化钙浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——被测溶液的体积, mL;

m_0 ——试样量, g。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

氧化钙量	允许差
0.000 30~0.001 0	0.000 2
>0.001 0~0.003 0	0.000 3
>0.003 0~0.005 0	0.000 4

附 录 A
最低稳定性变异系数的计算
(补充件)

最高浓度标准溶液与零浓度溶液吸光度数的变异系数计算公式如下：

$$S_c = \frac{100}{\bar{c}} \sqrt{\frac{\sum (c - \bar{c})^2}{n - 1}} \dots\dots\dots (A1)$$

$$S_o = \frac{100}{\bar{o}} \sqrt{\frac{\sum (o - \bar{o})^2}{n - 1}} \dots\dots\dots (A2)$$

式中：\$S_c\$——最高浓度标准溶液吸光度的百分变异系数；

\$c\$——最高浓度标准溶液吸光度；

\$\bar{c}\$——最高浓度标准溶液吸光度的平均值；

\$n\$——测量次数；

\$S_o\$——零浓度溶液吸光度的百分变异系数；

\$o\$——零浓度溶液吸光度；

\$\bar{o}\$——零浓度溶液吸光度的平均值。

附录 B

GGX-2 型原子吸收分光光度计的工作条件参数

(参考件)

工作条件参数 元 素	波 长 nm	光谱通带 宽 度 nm	燃烧器 高 度 mm	灯电流 mA	溶液提升量 mL/min	一氧化二氮 压强 MPa	乙炔流量
氧化钙	422.7	0.2	6	1.6	6	0.196 13	调节到红羽 毛火焰高度 约为 15 mm

附加说明:

本标准由北京有色金属研究总院和上海跃龙化工厂负责起草。

本标准由北京有色金属研究总院和上海跃龙化工厂起草。

本标准主要起草人甄荣乔、邱立峰。

中华人民共和国国家标准

荧光级氧化钇中酸溶性 二氧化硅量测定 钼蓝 分光光度法

UDC 661.866
:543.062

GB 8762.3—88

Yttrium oxide of phosphor grade— Determination
of acid soluble silicon dioxide— Molybdenum
blue photometric method

本标准适用于荧光级氧化钇中酸溶性二氧化硅的测定。测定范围:0.001 0%~0.010%。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用盐酸溶解。在 0.06~0.12 mol/L 硫酸介质中,硅与钼酸铵生成黄色的硅钼杂多酸,以草酸-硫酸混合酸分解磷、砷杂多酸、抗坏血酸还原硅钼杂多酸为蓝色低价络合物。于分光光度计波长 800 nm 处测量吸光度。

2 试剂

2.1 盐酸,优级纯(1+2)。

2.2 硫酸,优级纯(1+5)。

2.3 钼酸铵溶液,优级纯,(5%)。贮于塑料瓶中。

2.4 氨水,超纯(1+3)。

2.5 草酸-硫酸混酸:称取 1 g 优级纯草酸溶于 100 mL 硫酸(2.2)中。

2.6 抗坏血酸溶液(5%):用时现配。

2.7 硅标准贮存溶液:准确称取 0.500 0 g 预先在 120℃ 烘 2 h 并在干燥器中冷却至室温的光谱纯二氧化硅,置于铂坩锅中,加入 5 g 无水碳酸钠,于 950~1 000℃ 熔融至清亮,冷却后用热水浸出,加热到溶液澄清,冷却,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即移入塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 二氧化硅。

2.8 硅标准溶液:移取 10.00 mL 硅标准贮存溶液(2.7),置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即移入塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 10 μg 二氧化硅。

2.9 水:离子交换水经亚沸蒸馏。所有试剂配制都用此水。

2.10 精密 pH 试纸:0.5~5.0。

3 仪器和器皿

3.1 分光光度计。

3.2 塑料杯(100 mL)。

中国有色金属工业总公司 1988-02-04 批准

1989-02-01 实施