ICS 点击此处添加ICS号

点击此处添加中国标准文献分类号

|  |
| --- |
|  |

XB

中华人民共和国稀土行业标准

XB/T XXXXX—201X

|  |
| --- |
|  |

硫化镧铈

Lanthanum-cerium Sulfide

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

|  |
| --- |
|  |
|  |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中华人民共和国工业和信息化部   发布

前  言

本标准是按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草的。

本标准由全国稀土标准化技术委员会SAC/TC 229 提出并归口。

本标准起草单位：包头市宏博特科技有限责任公司、包头稀土研究院提出。

本标准参加起草单位：广东省稀有金属研究所，山东国瓷功能材料股份有限公司。

本标准主要起草人：张成、张文达、夏乐、张晓凡、何友梅、任旭东、谢萍、吴丹、应红、司留启、倪海勇、丁建红。

本标准为首次发布。

硫化镧铈

1. 范围

本标准规定了硫化镧铈的要求分类、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及质量证明书。

本标准适用于以镧铈的氧化物、碳酸盐及其化合物，经化学方法制得的硫化镧铈，供做塑料、涂料、搪瓷、玻璃、橡胶、油墨、建筑等行业的颜料用。

1. 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 1717 颜料水悬浮液pH值的测定

GB/T 1864 颜料和体质颜料通用试验方法 颜料颜色的比较

GB/T 5211.3 颜料在105℃挥发物的测定

GB/T 5211.15 颜料和体质颜料通用试验方法 第15部分：吸油量的测定

GB/T 5211.19 着色颜料的相对着色力和冲淡色的测定 目视比较法

GB/T 5211.20 在本色体系中白色、黑色和着色颜料颜色的比较 色度法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12690.5 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 钴、锰、铅、镍、铜、锌、铝、铬、镁、镉、钒、铁量的测定

GB/T 12690.19 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 砷、汞量的测定

GB/T 14635 稀土金属及其化合物化学分析方法 稀土总量的测定

GB/T 17803 稀土产品牌号表示方法

GB/T 20170.1 稀土金属及其化合物物理性能测试方法 稀土化合物粒度分布的测定

HG/T 3852 颜料筛余物测定法

HG/T 3853 颜料干粉耐热性测定法

1. 要求
   1. 产品分类

产品按化学成分分为（LaCe）2S3-65Ce、（LaCe）2S3-50Ce两个牌号。产品牌号表示方法应符合GB/T 17803的规定。（PO，依据《颜料索引》，颜料橘黄。）

* 1. 外观

3.2.1 产品为橙色或浅橙色软质干燥粉末。

3.2.2 产品应洁净无目视可见夹杂物。

* 1. 理化性能

产品的理化性能应符合表1的规定。如需方有特殊要求，可由供需双方协商确定。

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 理化性能 | | 产品牌号 | |
| （LaCe）2S3-65Ce（PO-001） | （LaCe）2S3-50Ce（PO-002） |
| 化学成分  （质量分数）/% | REO，不小于 | 78 | 78 |
| La2O3/REO | 35±2 | 50±2 |
| CeO2/REO | 65±2 | 50±2 |
| S，不小于 | 18 | 18 |
| 杂质含量/% | Cd，大不于 | 0.0001 | 0.0001 |
| Pb，不大于 |
| Hg，不大于 |
| Cr，不大于 | 0.001 | 0.001 |
| 物理性能 | 颜色 | 橙色 | 浅橙色 |
| 筛余物，325目/% | ＜0.3 | |
| 中心粒径(D[V,50])/μm | 2-3μm | |
| 吸油量/（g/100g） | 40-50 | |
| pH值（水悬浮液） | 7～8 | |
| 挥发物（105℃）/% | ＜0.3 | |
| 耐热性，℃ | 300±20 | |
| 相对着色力 | 95%-120% | |
| 总色差△E | ≤3 | |

1. 试验方法
   1. 化学成分
      1. 稀土总量的分析方法参照GB/T 14635的规定进行。
      2. 氧化镧、氧化铈分量的分析方法按供需双方协商方法进行。
      3. 硫含量的分析方法按本标准中附录 A 的规定进行。
      4. 铅、铬、镉含量参照 GB/T 12690.5 中的规定进行。
      5. 汞含量参照 GB/T 12690.19 中的规定进行。
   2. 物理性能
      1. 颜色的测定采用目视法或仪器法进行测定，目视法参照 GB/T 1864 的规定进行，仪器法参照 GB/T 5211.20 的规定进行，如需方有特殊要求，供需双方可另行协商。
      2. 筛余物的测定按照HG/T 3852 中的规定进行。
      3. 中心粒径(D[V,50])的测定按照GB/T 20170.1中的规定进行。
      4. 吸油量的测定按照GB/T 5211.15中的规定进行。
      5. 水悬浮液pH值的测定按照GB/T 1717中的规定进行。
      6. 挥发物的测定按照GB/T 5211.3中的规定进行。
      7. 耐热性的测定按照HG/T 3853中的规定进行。
      8. 相对着色力的测定参照 GB/T 5211.19 中的规定进行。如需方有特殊要求，可由供需双方商定其他测试方法。
      9. 总色差的测定参照 GB/T 5211.20 中的规定进行，得到L、a、b色差即△L、△a、△b，总色差
   3. 外观质量

用目视检查。

* 1. 数值修约

按照GB/T 8170的规定进行。

1. 检验规则
   1. 检查与验收

5.1.1检查

产品由供方质量检验部门进行检验，保证产品质量符合本标准规定，并填写产品质量证明书。

5.1.2验收

需方应对收到的产品按本标准的规定进行检验，如检验结果与本标准规定不符，应在收到产品之日起1个月内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，可委托双方认可的有资质的机构进行，并双方约定取样。

* 1. 组批

产品应成批提交检验，每批应由同一牌号的产品组成。

* 1. 检验项目

每批产品应进行外观及理化性能检测。

* 1. 取样与制样

产品的取样数量按表2规定进行。每袋取样量不少于 10g。将取得的试样经充分混匀后，以四分法缩分至试样的所需量，装入清洁干燥的塑料样品袋中封口，待测。

表2

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 每批件（袋）数 | 1～5 | 6～49 | 50～100 | ＞100 |
| 取样件（袋）数 | 件（袋）数的100% | 取5 | 件（袋）数的10%取整数 | 件（袋）数的平方根取正整数 |

* 1. 检验结果判断

5.5.1　化学成分、物理性能仲裁分析结果与本标准规定不符时，则从该批产品中取双倍试样，对不合格项目进行重复试验；如仍有一项结果不合格，则判该批产品为不合格。

5.5.2　外观检验结果与本标准规定不符合时，则直接判定该批产品不合格。

1. 标志、包装、运输与贮存及质量证明书
   1. 标志

每箱（桶、袋）外注明：

a)供方名称；

b)产品名称和牌号；

c)批号；

d)净重、毛重；

e)出厂日期；

f)“防潮”标志或字样。

* 1. 包装

产品装于双层塑料袋中密封，每袋净重分别为10kg、25kg；外包装为塑料桶、纸箱或铁桶。如需方有特殊要求，由供需双方协商确定。

* 1. 运输与贮存

产品应于通风、干燥、避光、清洁处保存，不得露天堆放；运输装卸时要求轻装轻卸，防止碰撞和破裂，严防雨淋受潮；严禁与酸、碱物品接触。

* 1. 质量证明书

每批产品应附有质量说明书，注明：

a)供方名称、地址、电话、传真；

b)产品名称；

c)牌号、批号；

d)生产日期；

e)数量（净重和件数）；

f)分析检验结果和供方质量检验部门印记；

g)产品标准编号或合同。

附录A

（规范性附录）  
硫化稀土化学分析方法

硫量的测定

间接碘量法

A.1 范围

本附录规定了硫化镧铈中硫含量的测定方法。

本附录适用于硫化镧铈中硫含量的测定。测定范围 5.00% ～ 40.00% 。

A.2 原理

试样与盐酸反应生成的硫化氢与过量的碘标准溶液反应，用硫代硫酸钠标准溶液滴定剩余碘量，从而间接计算出稀土硫化物中硫含量。

A.3 试剂

A.3.1 硫代硫酸钠。

A.3.2 碳酸钠。

A.3.3 基准重铬酸钾。

A.3.4 碘化钾。

A.3.5 碘。

A.3.6 淀粉。

A.3.7 硫酸（1+4）。

A.3.8 盐酸（1+1）。

A.3.9 硫代硫酸钠标准溶液（c≈0.1mol/L）。

A.3.9.1 配制

称取 25 g 硫代硫酸钠(A.3.1)，溶于 1000 mL水中，加入 0.2 g 碳酸钠(A.3.2)，缓慢煮沸 10 min，冷却。将配置好的溶液置于棕色瓶中，放置两周，再用基准物标定。

A.3.9.2 标定

称取 0.15 g 于140℃-150℃烘至质量恒定的基准重铬酸钾(A.3.3)(精确至 0.000 1 g)，置于碘量瓶中，溶于 25 mL 水中，加 2 g 碘化钾(A.3.4)及 20 mL 硫酸(A.3.7)，摇匀，于暗处放置 10 min。加 150 mL 水，用配制好的硫代硫酸钠标准溶液滴定。近终点时加 3 mL 淀粉溶液(A.3.11)，再滴定至溶液由蓝色变为亮绿色为终点。平行标定3份，所消耗的硫代硫酸钠标准溶液(A.3.9)体积的极差值不应超过 0.10 mL，取其平均值。同时作空白试验。

硫代硫酸钠标准溶液质量浓度按公式(A.1)计算：

 …………………………（A.1）

式中：

*c*—硫代硫酸钠标准溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）

*m*—重铬酸钾的质量，单位为克（g）；

*V*—硫代硫酸钠用量，单位为毫升（mL）；

*V0*—空白试验硫代硫酸钠标准溶液用量，单位为毫升（mL）；

*M*（1/6K2Cr2O7)—以（1/6K2Cr2O7)为基本单元的摩尔质量（49.03 g/mol），单位为克每摩尔（g/mol）。

A.3.10 碘标准溶液

A.3.10.1 配制

称取 35 g 碘化钾(A.3.4)，加 100 mL 水溶解，再加 13 g 碘(A.3.5)溶解后用水稀释至 1 000 mL ，摇匀，保存于棕色具塞瓶中。

A.3.10.2 标定

用滴定管准确量取 10 mL 碘标准溶液(A.3.10)置于已装有 150 mL 水的碘量瓶中，后用硫代硫酸钠标准溶液(A.3.9)滴定，滴至淡黄色后加 3 mL 淀粉溶液(A.3.11)，继续滴定至蓝色消失为终点。平行标定３份，所消耗的硫代硫酸钠标准溶液(A.3.9)体积的极差值不应超过 0.10 mL，取其平均值。

碘标准溶液浓度按公式(A.2)计算：

 ………………………………………（A.2）

式中：

c1—碘标准溶液浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V1—碘标液取用量，单位为毫升（mL）。

c—硫代硫酸钠摩尔浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V—硫代硫酸钠用量，单位为毫升（mL）；

A.3.11 淀粉溶液( 10 g/L )

取 1 g 淀粉(A.3.6)用 10 mL 冷水调匀，搅拌加入 90 mL 煮沸过的水，继续煮沸 5 min,冷却备用。

A.4 分析步骤

A.4.1 试料

称取 0.3 g 试样(精确至 0.000 1 g)。

A.4.2 测定次数

称取两份试料进行平行测定，取其平均值。

A.4.3 空白试验

随同试料进行空白试验。

A.4.4 测定

称取试料(A.4.1)于 300 mL 碘量瓶中，用滴定管准确滴加 35 mL 碘标准溶液(A.3.10)，缓慢滴加 5 mL 盐酸(A.3.8)（边滴加边摇动碘量瓶），盖上瓶塞，剧烈摇动 2 min，静止并打开瓶塞，用水吹洗瓶塞，用硫代硫酸钠标准溶液(A.3.9)滴定至淡黄色后，加 5 mL 淀粉溶液(A.3.11)，继续滴定至蓝色消失，即为终点。

A.4.5 分析结果的计算与表述

按公式(A.3)计算样品中硫的质量分数：

 …………………………（A.3）

式中：

*c1*—碘标准溶液物质的量浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V1*—碘标准溶液之用量，单位为毫升（mL）；

*c*—硫代硫酸钠标准溶液物质的量浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*—滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*M*(1/2S)—以（1/2S）为基本单元之摩尔质量（ 16.03 g/mol），单位为克每摩尔（g/mol）；

*m*—样品的质量，单位为克（g）。

A.4.6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表A.1中所列允许差。

* 1. 允许差

|  |  |
| --- | --- |
| 硫的质量分数，% | 允许差，% |
| ＞5.00～10.00 | 0.30 |
| ＞10.00～20.00 | 0.40 |
| ＞20.00～30.00 | 0.50 |
| ＞30.00～40.00 | 0.60 |

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_