XB

ICS 77.120.99

H 65

xxxx-xx-xx实施

xxxx-xx-xx发布

钕铁硼废料化学分析方法

第2部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定

电感耦合等离子体光谱法

Chemical analysis methods of Scraps of neodymium iron boron—

Part 2: Determination of fifteen REO relative contents—

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

**(审定稿)**

中华人民共和国稀土行业标准

**XB/T** 612.2—XXXX

代替XB/T 612.2-2009

中华人民共和国工业和信息化部 发布

**前　　言**

XB/T612《钕铁硼废料化学分析方法》分为以下3个部分：

——第1部分： 稀土氧化物总量的测定 重量法；

——第2部分： 十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体光谱法；

——第3部分： 硼、钴、铝、铜、铬、镍、锰、钛、钙、镁含量的测定 电感耦合等离子体光谱法。

本部分为XB/T612的第2部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分代替XB/T612.2-2009《钕铁硼废料化学分析方法 第2部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体光谱法》。

本部分与XB/T612.2-2009相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

——修改了CeO2的检测范围，由0.1%～10.00%调整为0.10%～55.00%；（见表1）

——修改了Ho2O3的检测范围，由0.1%～5.00%调整为0.10%～10.00%；（见表1）

——修改了Nd2O3的检测范围，由0.1%～98%调整为0.20%～99%；（见表1）

——修改了Gd2O3的检测范围，由0.1%～20.00%调整为0.1%～25.00%；（见表1）

——修改了Dy2O3的检测范围，由0.1%～30.00%调整为0.1%～25.00%；（见表1）

——修改了试样的分类，将干燥粉料和炉渣料、块片料合并，增加了预处理要求；（见5.1）

——修改了油泥料、潮湿粉料的预处理，由“称取30g左右试样于100mL瓷蒸发皿中，低温加热至干燥，烧尽试料表面油分及水分，冷却，立即研磨均匀”修改为“称取50g左右，精确至0.001g。置于100mL瓷蒸发皿中，在300～400℃电热板上加热灼烧0.5小时，冷却，称重，立即研磨均匀。（见5.2）

——增加了具体的称样量；见（6.1）

——增加空白试验（见6.3）；

本标准由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC229）提出并归口。

本部分起草单位：虔东稀土集团股份有限公司、

本标准主要起草人：

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——XB/T612.2-2009

钕铁硼废料化学分析方法

第2部分：十五个稀土元素

氧化物配分量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本部分规定了钕铁硼废料中十五个稀土元素氧化物配分量的测定方法。

本部分适用于钕铁硼废料中十五个稀土元素氧化物配分量的测定。测定范围见表1。

表1

|  |  |
| --- | --- |
| 稀 土 氧 化 物 | 测定范围/% |
| Y2O3、La2O3、Sm2O3、Tb4O7、Ho2O3 | 0.10～10.00 |
| CeO2 | 0.10～55.00 |
| Pr6O11 | 0.20～35.00 |
| Nd2O3 | 0.20～99.00 |
| Eu2O3、Er2O3、Tm2O3、Yb2O3、Lu2O3 | 0.10～2.00 |
| Gd2O3、Dy2O3 | 0.10～25.00 |

2 方法原理

试样经王水分解，在王水介质中。直接以氩等离子体光源激发，进行光谱测定。

3 试剂与材料

除非另有说明，本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂，所用水均为二级水。

* + 1. 3.1 氧化钇，*ω*(REO)>99.50%，*ω*(Y2O3/REO)>99.99%，经950℃灼烧1h。
    2. 3.2 氧化镧，ω(REO)>99.50%，ω(La2O3/REO)>99.99%，经950℃灼烧1h。
    3. 3.3 氧化铈，ω(REO)>99.50%，ω(CeO2/REO)>99.99%，经950℃灼烧1h。
    4. 3.4 氧化镨，ω(REO)>99.50%，ω(Pr6O11/REO)>99.99%，经950℃灼烧1h。
    5. 3.5 氧化钕，ω(REO)>99.50%，ω(Nd2O3/REO)>99.99%，经950℃灼烧1h。
    6. 3.6 氧化钐，ω(REO)>99.50%，ω(Sm2O3/REO)>99.99%，经950℃灼烧1h。
    7. 3.7 氧化铕，ω(REO)>99.50%，ω(Eu2O3/REO)>99.99%，经950℃灼烧1h。
    8. 3.8 氧化钆，ω(REO)>99.50%，ω(Gd2O3/REO)>99.99%，经950℃灼烧1h。
    9. 3.9 氧化铽，ω(REO)>99.50%，ω(Tb4O7/REO)>99.99%，经950℃灼烧1h。
    10. 3.10 氧化镝，ω(REO)>99.50%，ω(Dy2O3/REO)>99.99%，经950℃灼烧1h。
    11. 3.11 氧化钬，ω(REO)>99.50%，ω(Ho2O3/REO)>99.99%，经950℃灼烧1h。
    12. 3.12 氧化铒，ω(REO)>99.50%，ω(Er2O3/REO)>99.99%，经950℃灼烧1h。
    13. 3.13 氧化铥，ω(REO)>99.50%，ω(Tm2O3/REO)>99.99%，经950℃灼烧1h。
    14. 3.14 氧化镱，ω(REO)>99.50%，ω(Yb2O3/REO)>99.99%，经950℃灼烧1h。
    15. 3.15 氧化镥，ω(REO)>99.50%，ω(Lu2O3/REO)>99.99%，经950℃灼烧1h。
    16. 3.16 过氧化氢（30%）。
    17. 3.17 盐酸（1+1）。
    18. 3.18 硝酸（1+1）。
    19. 3.19 稀土氧化物混合标准贮存溶液
    20. 根据表2计算量称取相应的单一稀氧化物（3.1～3.15）于250ml烧杯中，加30ml盐酸（3.17）及10ml硝酸（3.18），低温溶解，取下冷却，移入500ml容量瓶中，补加盐酸（3.17）45ml及硝酸（3.18）15ml，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含稀土氧化物8mg，各稀土氧化物配分量见表2.

表2

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标号 | 稀土氧化物配分量/mg | | | | | | | | | | | | | | | |
| Y2O3 | La2O3 | CeO2 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 | Tb4O7 | Dy2O3 | Ho2O3 | Er2O3 | Tm2O3 | Yb2O3 | Lu2O3 | RE2O3 |
| 1# | 400 | 400 | 400 | 1400 | 0 | 400 | 80 | 0 | 400 | 0 | 200 | 80 | 80 | 80 | 80 | 4000 |
| 2# | 200 | 200 | 200 | 800 | 440 | 200 | 60 | 1000 | 200 | 400 | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 | 4000 |
| 3# | 80 | 80 | 2200 | 320 | 720 | 80 | 40 | 80 | 80 | 80 | 80 | 40 | 40 | 40 | 40 | 4000 |
| 4# | 20 | 20 | 1200 | 40 | 1660 | 20 | 4 | 400 | 20 | 200 | 400 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4000 |
| 5# | 40 | 40 | 20 | 200 | 2280 | 40 | 20 | 200 | 40 | 1000 | 40 | 20 | 20 | 20 | 20 | 4000 |
| 6# | 0 | 0 | 0 | 0 | 3960 | 0 | 0 | 20 | 0 | 20 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 4000 |

* + 1. 3.20 氩气（纯度大于99.99%）。

4 仪器设备

4.1 电感耦合等离子体发射光谱仪，分辨率<0.006nm（200nm）处。

4.2 氩等离子体光源，使用功率不大于2kW。

5 试样

5.1 炉渣料、块片料、干燥粉料：称取50g左右，精确至0.001g。置于100mL瓷蒸发皿中，在300℃～400℃电热板上加热灼烧1小时至干燥，冷却，称重，立即研磨均匀。

5.2 油泥料、潮湿粉料：称取50g左右，精确至0.001g。置于100mL瓷蒸发皿中，在300℃～400℃电热板上加热灼烧0.5小时至干燥，冷却，称重，立即研磨均匀。

6 分析步骤

6.1 试料

称取1g试样（5），精确至0.0001g。

6.2 测定次数

称取两份试料进行平行测定，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 分析试液的制备

将试料（6.1）置于200mL烧杯中，加入30mL盐酸（3.17），10mL硝酸（3. 18），滴加约1mL过氧化氢（3.16），加盖表面皿，低温加热至试样分解完全。取下冷却后转入到100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。放置澄清或干过滤后，按表3从上述100mL容量瓶中准确移取相应体积的上清液溶液于容量瓶中，补加相应体积盐酸（3.17）及硝酸（3.18），用水稀释至刻度，摇匀，待测。

表3

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 稀土氧化物总量（质量分数）/% | 分取试液体积/mL | 定容体积/mL |
| 5～10 | 20 | 50 |
| >10～20 | 15 | 100 |
| >20～50 | 10 | 100 |
| >50～70 | 5 | 100 |

6.5 系列标准溶液的配制

用移液管分别移取稀土氧化物混合标准贮存溶液（3.19）的1#～6#各10mL,分别置于200mL容量瓶7#～12#中，各加入15mL盐酸（3.17）及4.5mL硝酸（3.18），用水稀释至刻度，混匀。此溶液稀土浓度各为0.40mg/mL，各稀土氧化物配分量见表4。

表4

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标号 | 稀土氧化物配分量/% | | | | | | | | | | | | | | | |
| Y2O3 | La2O3 | CeO2 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 | Tb4O7 | Dy2O3 | Ho2O3 | Er2O3 | Tm2O3 | Yb2O3 | Lu2O3 | RE2O3 |
| 7# | 10 | 10 | 10 | 35 | 0 | 10 | 2 | 0 | 10 | 0 | 5 | 2 | 2 | 2 | 2 | 100 |
| 8# | 5 | 5 | 5 | 20 | 11 | 5 | 1.5 | 25 | 5 | 10 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 100 |
| 9# | 2 | 2 | 55 | 8 | 18 | 2 | 1 | 2 | 2 | 2 | 2 | 1 | 1 | 1 | 1 | 100 |
| 10# | 0.5 | 0.5 | 30 | 1 | 41.5 | 0.5 | 0.1 | 10 | 0.5 | 5 | 10 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 100 |
| 11# | 1 | 1 | 0.5 | 5 | 57 | 1 | 0.5 | 5 | 1 | 25 | 1 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 100 |
| 12# | 0 | 0 | 0 | 0 | 99 | 0 | 0 | 0.5 | 0 | 0.5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 100 |

6.6测定

6.6.1 推荐分析线见表5。

表5

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 分析线/nm | 元素 | 分析线/nm |
| La | 333.749 | Dy | 340.780/387.212 |
| Ce | 413.380/446.021 | Ho | 341.646 |
| Pr | 440.884/422.293 | Er | 369.265 |
| Nd | 445.157/417.732 | Tm | 384.802 |
| Sm | 442.435 | Yb | 369.420 |
| Eu | 412.970 | Lu | 261.542 |
| Gd | 342.247 | Y | 371.029 |
| Tb | 332.440 | / | / |

6.6.2 将分析试液（6.3）与标准系列溶液（6.2）同时进行氩等离子体光谱测定。

7 分析结果的计算与表述

按式（1）计算十五个稀土元素氧化物的配分量：

……………………………………………（1）

式中：

—归一化后待测稀土元素的氧化物配分量；

—待测稀土元素的氧化物量；

—空白试液的氧化物量；

—各稀土元素氧化物量之和。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值的范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况下不超过5%，重复性限（r）按表6数据采用内插法求得。

表6

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 稀土氧化物 | 稀土氧化物配分量/% | 重复性限（r）/% |
| Y2O3、La2O3、CeO2、 Pr6O11、  Nd2O3、Sm2O3、Eu2O3、 Gd2O3、  Tb4O7、 Dy2O3、Ho2O3、  Er2O3、Tm2O3、Yb2O3、Lu2O3 |  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |

8.2 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表7所列的允许差：

表7

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 稀土氧化物 | 稀土氧化物配分量范围/% | 允许差/% |
| Y2O3、La2O3、CeO2、 Pr6O11、  Nd2O3、Sm2O3、Eu2O3、 Gd2O3、  Tb4O7、 Dy2O3、Ho2O3、  Er2O3、Tm2O3、Yb2O3、Lu2O3 |  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |

9 质量保证和控制

每周用自制的控制标样（如有国家级或行业级标样时，应首先使用）校核一次本标准分析方法的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误重新进行校核。