XB

中华人民共和国工业和信息化部 发布

××××-××-××实施

××××-××-××发布

氢氧化铈

Ceriumhydroxide

(送审稿)

XB/T 222—201X

代替XB/T 222-2008

中华人民共和国稀土行业标准

标准

ICS 77.120.99

H 65

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准代替XB/T 222-2008《氢氧化铈》。

本标准与XB/T 222-2008相比主要技术变化如下：

——范围中增加了质量证明书的要求（见第1章）；

——范围中对氢氧化铈的应用领域进行了调整（见第1章）；

——增加了规范性引用文件GB/T 17803（见第 2章）；

——增加了产品分类（见3.1）；

——增加了字符牌号（见3.1、3.2）；

——增加了氢氧化铈的两个牌号和相应的化学成分考核指标（见3.1、3.2）；

——修改了氧化率的表示方法，由原来的TCe4+/TCe修改为Ce4+/∑Ce（见3.2，2008版的3.1）；

——修改了产品牌号Ce(OH)4-4NA(原产品牌号020540)中稀土杂质La2O3和Pr6O11的含量，La2O3的含量由原来的不大于0.005修改为不大于0.003，Pr6O11的含量由原来的不大于0.001修改为不大于0.003（见3.2，2008版的3.1）；

——增加了产品牌号Ce(OH)4-4NA中其它稀土杂质含量不大于0.001（见3.2）；

——修改了产品牌号Ce(OH)4-3N(原产品牌号020530)中稀土杂质含量，由原来的不大于0.01修改为合量不大于0.1（见3.2，2008版的3.1）；

——增加了产品牌号Ce(OH)4-4NA及Ce(OH)4-3N中非稀土杂质Al2O3、MgO、MnO2、ZnO、PO43-、NH4+的考核指标（见3.2）；

——修改了产品牌号Ce(OH)4-3N中非稀土杂质含量，SO42-含量由不大于0.01修改为不

大于0.02；Cl-含量由不大于0.008修改为不大于0.01；Na2O含量由不大于0.0004修改为不大于0.002；（见3.2，2008版的3.1）；

——明确列出了四价铈的分析方法（见附录A）；

——明确列出了钾的分析方法（见附录B）；

——增加了外观质量检验结果的判定要求（见5.5.2）；

——修改了标志和包装的表述方式（见6.1）；

本标准由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口。

本标准主要起草单位：中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司、益阳鸿源稀土有限责任公司、信丰县包钢新利稀土有限责任公司、包头稀土研究院、甘肃稀土新材料股份有限公司、赣州有色冶金研究所、淄博包钢灵芝稀土高科技股份有限公司、包头华美稀土高科有限公司、有研稀土新材料股份有限公司、江西金世纪新材料股份有限公司。

本标准主要起草人：刘威、高媛、许国华、陈月华、周凯红、王素梅、龚丽华、张积锴、马丽君、强永芳、张相良、钟杨根。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——XB/T 222-2008。

氢氧化铈

1. 范围

本标准规定了氢氧化铈的要求、试验方法、检验规则与包装、标志、运输、贮存及质量证明书。

本标准适用于以纯铈化合物为原料，经化学法制得的氢氧化铈，主要用于汽车尾气净化催化剂、高端电子研磨新材料及合成硝酸铈铵等。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12690（所有部分）稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法

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 16484.13 氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 氯化铵量的测定

GB/T 17803 稀土产品牌号表示方法

GB/T 18115.2 稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法 铈中镧、镨、钕、钐、

铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定

1. 要求
   1. 产品分类

产品按化学成分分为Ce(OH)4-4NA、Ce(OH)4-4NB、Ce(OH)4-3N5、Ce(OH)4-3N、Ce(OH)4-2N5五个牌号，产品牌号表示方法应符合GB/T 17803的规定。

* 1. 化学成分

产品的化学成分应符合表1规定。若需方对产品有特殊要求，供需双方可另行协商确定。

表1

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 产品牌号 | | | Ce(OH)4-4NA | Ce(OH)4-4NB | Ce(OH)4-3N5 | Ce(OH)4-3N | Ce(OH)4-2N5 |
| 原牌号 | | | 020540 | / | / | 020530 | / |
| 化学成分（质量分数）/% | REO | | 60-75 | 60-75 | 60-75 | 60-75 | 55-75 |
| CeO2/REO不小于 | | 99.99 | 99.99 | 99.95 | 99.9 | 99.5 |
| Ce4+/∑Ce不小于 | | 99 | 99 | 99 | 98 | 95 |
| 稀土杂质/REO ，不大于 | La2O3 | 0.003 | 0.003 | 0.02 | 合量0.1 | 合量0.5 |
| Pr6O11 | 0.003 | 0.003 | 0.01 |
| Nd2O3 | 0.001 | 0.001 | 0.01 |
| Sm2O3 | 0.001 | 0.001 | 0.001 |
| Y2O3 | 0.001 | 0.001 | 0.001 |
| 其它稀土杂质 | 0.001 | 0.001 | 0.008 |
| 非稀土杂质, 不大于 | Fe2O3 | 0.002 | 0.002 | 0.003 | 0.003 | 0.005 |
| Al2O3 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| CaO | 0.003 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.01 |
| MgO | 0.001 | 0.001 | 0.002 | 0.002 | 0.004 |
| Na2O | 0.0002 | 0.002 | 0.002 | 0.002 | 0.01 |
| K2O | 0.0002 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0005 |
| PbO | 0.0002 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0004 | 0.002 |
| CoO | 0.0002 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0005 |
| CuO | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0005 |
| NiO | 0.0002 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0005 |
| Cr2O3 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0002 | 0.0005 |
| MnO2 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | 0.005 |
| ZnO | 0.001 | 0.001 | 0.003 | 0.003 | 0.005 |
| SiO2 | 0.005 | 0.005 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| SO42- | 0.005 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.02 |
| Cl- | 0.005 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| F- | 0.002 | 0.002 | 0.002 | 0.002 | 0.002 |
| PO43- | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.05 |
| NH4+ | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 1.5 |

* 1. 外观

3.3.1 产品为淡黄色粉末。

3.3.2 产品应洁净，无目视可见夹杂物。

1. 试验方法
   1. 化学成分

4.1.1 产品中稀土总量（REO）的分析方法按照GB/T 14635的规定进行。

4.1.2 产品中稀土杂质含量的分析方法参照GB/T 18115.2的规定进行。

4.1.3 产品中非稀土杂质含量（除NH4+、K含量外）的分析方法参照GB/T 12690的规定进行。

4.1.4 产品中铵根含量的分析方法参照GB/T 16484.13的规定进行。

4.1.5 产品中四价铈的分析方法按照附录A的规定进行。

4.1.6 产品中K含量的分析方法按照附录B的规定进行。

* 1. 数值修约

按GB/T 8170的规定进行。

* 1. 外观质量

在自然光下用目测检查。

1. 检验规则
   1. 检查与验收

5.1.1 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 需方应对收到的产品进行检验，如检验结果与本标准规定不符时，应在收到产品之日起两个月内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，可委托双方认可的单位进行，并在需方共同取样。

* 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

每批产品应进行化学成分和外观质量检验。

* 1. 取样与制样

5.4.1 化学成分分析的取样件数按表2的规定进行。

表2

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

5.4.2化学成分的取制样方法按下述规定进行：

用插管在每件(袋)中心及周围等距离处取三点，每件(袋)取样量不少于10g，将试样混匀后，用四分法迅速缩分至试样所需数量，装入洁净的塑料瓶(袋)中并封口。

* 1. 检验结果判定

5.5.1 化学成分仲裁分析结果不合格时，则从该批产品中取双倍试样对不合格项目进行重复试验，如仍有不合格项，则判该批产品为不合格。

5.5.2 外观质量的检验结果与本标准规定不符时，则直接判该批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存及质量证明书

6.1 标志和包装

6.1.1每桶（箱、袋）外注明：

1. 供方名称；
2. 产品名称、牌号；批号；
3. 净重、毛重
4. 出厂日期及“防潮”标志或字样。

6.1.2包装

产品用双层塑料袋密封包装，再放置于塑料编织袋中，封紧袋口。每袋净重分别为25 kg、50kg、100 kg、500 kg、1000kg。如需方有特殊要求，则由供需双方另行协商。

6.2 运输、贮存

运输时严防淋雨、受潮。产品需存放于干燥处，不得露天放置。

6.3 质量证明书

每批产品应附质量证明书，注明：

a） 供方名称；

b） 产品名称和牌号；

c） 批号；

d） 净重和件数；

e） 各项分析检验结果和供方质量检验部门印记；

f） 本标准编号；

g） 出厂日期。

附录A

（规范性附录）

氢氧化铈四价铈量的测定

滴定法

A.1 范围

本方法规定了氢氧化铈中四价铈量的测定方法。

本方法适用于氢氧化铈中四价铈量的测定。测定范围：40.00%～65.00%。

A.2 方法原理

试料经稀硫酸低温溶解，于硫磷混酸介质中，以苯代邻氨基苯甲酸为指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液滴定至终点。

A.3 试剂

A.3.1磷酸（ρ1.69g/mL），分析纯。

A.3.2硫酸（ρ1.84g/mL）分析纯。

A.3.3硫酸（1+1），分析纯。

A.3.4硫酸（5+95），分析纯。

A.3.5 硫磷混酸：70mL水中加入15mL磷酸（A.3.1）和15mL硫酸（A.3.3），混匀。

A.3.6硫酸高铈溶液{*c*[Ce(SO4)2]≈0.02mol/L}:称取3.32g无水硫酸高铈于250mL烧杯中，加100mL硫酸（A.3.4）溶解，移入500mL容量瓶中，以硫酸（A.3.4）稀释至刻度，混匀。

A.3.7重铬酸钾标准溶液[c()=0.02mol/L]:称取0.9806g经110℃—130℃烘干2h的重铬酸钾（基准物质），于250mL烧杯中，加100mL水溶解，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

A.3.8 硫酸亚铁铵标准溶液[c(Fe2+)]≈0.02mol/L:

A.3.8.1配制：称取9g硫酸亚铁铵[(NH4)2Fe(SO4)2·6H2O]于500mL烧杯中，加硫酸（A.3.4）溶解，移入1000mL容量瓶中，用硫酸（A.3.4）稀释至刻度，混匀。

A.3.8.2标定：移取20.00mL硫酸亚铁铵标准溶液（A.3.8.1）3份，分别置于3个250mL的锥形瓶中，加10mL硫酸混酸（A.3.5），加水至100mL，加4滴二本胺磺酸钠溶液（A.3.9），用重铬酸钾标准溶液（A.3.7）滴定至蓝紫色不退为终点。

A.3.8.3按式（1）计算c(Fe2+)标准溶液的摩尔浓度（mol/L）:

**……………………(1)

式中：

*c(**)*——重铬酸钾标准溶液物质的量浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

*V1*——消耗重铬酸钾标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

*V*——移取硫酸亚铁铵标准溶液，单位为毫升(mL)；

A.3.9二本胺磺酸钠溶液（5g/L）：称取0.5g二本胺磺酸钠，溶于100mL水中。

A.3.10苯代邻氨基苯甲酸溶液（2g/L）:称取0.2g苯代邻氨基苯甲酸，0.2g无水碳酸钠，溶于100mL水中。

A.4 设备

分析天平（精度0.1 mg）。

A.5 试样

试样开封后立即称量。

A.6 分析步骤

A.6.1 测定数量

称取两份试料，进行平行测定，取其平均值。

A.6.2 试料

按表A.1称取试样0.10g，精确至0.0001g。

A.6.3空白试验及验证试验

A.6.3.1空白试验

移取10.00mL硫酸高铈溶液（A.3.6）于250mL锥形瓶中，加10mL磷酸（A.3.1），80mL硫酸（A.3.4），按A.6.5.2进行操作，至终点后，再移入10.00mL硫酸高铈溶液（A.3.6），用硫酸亚铁铵标准溶液（A.3.8）滴定至亮绿色为终点。其两次滴定溶液体积之差，即为空白值。

A.6.4.2验证试验

随同试料分析同类型标准样品做验证试验。

A.6.5 测定

A.6.5.1 将试料（A.6.1）置于250mL锥形瓶中，加10mL硫酸（A.3.3），在低温电热板上加热溶解，取下，稍冷。加入10mL磷酸（A.3.1），80mL硫酸（A.3.4），冷水浴中冷却至室温。

A.6.5.2加2滴苯代邻氨基苯甲酸溶液（A.3.9）为指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液（A.3.8）滴定至亮绿色为终点。

A.7 分析结果的计算与表述

按式（2）计算四价铈量的质量分数（％）表示：

……………………(2)

式中：

*c*（Fe2+）——硫酸亚铁铵标准滴定溶液物质的量浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

*V2*——消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

*V0* ——空白试验中消耗硫酸钠亚铁铵标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

*140.12* ——氧化铈的相对摩尔质量，单位为克每摩尔（g/moL)；

*m* ——试料的质量，单位为克(g)。

A.8允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表A.1所列允许差。

表A.1

|  |  |
| --- | --- |
| 四价铈量/% | 允许差/% |
| 40.00～50.00 | 0.40 |
| >50.00～65.00 | 0.50 |

A.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）校核一次本部分分析方法的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误，重新进行校核。

附录B

（规范性附录）

氢氧化铈化学分析方法

氧化钾量的测定

火焰原子吸收光谱法

B.1 范围

本方法规定了氢氧化铈中氧化钾量的测定方法。

本方法适用于氢氧化铈中氧化钾量的测定。测定范围：0.0002 %～0.0040%。

B.2 方法原理

试料用盐酸溶解，在稀盐酸介质中，以草酸分离铈后，滤液于原子吸收光谱仪上波长766.5 nm处，以空气-乙炔火焰测定钾的吸光度。用标准加入法计算钾的含量。

B.3 试剂

B.3.1 盐酸（1+1）：优级纯。

B.3.2 草酸溶液（100 g/L）：优级纯。

B.3.3钾标准贮存溶液：准确称取1.907 g预先在450 ℃—500 ℃灼烧1.5 h-2 h，并在干燥器中冷却至室温的基准氯化钾于300 mL烧杯中溶解，移入1000 mL容量瓶中，以水定容，摇匀，贮存于干燥的聚乙烯瓶中，此溶液1 mL含1 mg钾。

B.3.4 钾标准溶液：移取2.00 mL钾标准贮存溶液（B.3.3）于1000 mL容量瓶中，以水定容，摇匀，此溶液1mL含2 µg钾。

B.4仪器

原子吸收光谱仪，附钾空心阴极灯

在仪器最佳条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

—特征浓度：在与测量样品溶液的基体相一致的溶液中，钾的特征浓度不大于0.015µg/mL。

—精密度：用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度，其标准偏差不超过平均吸光度1.0%；用最低浓度的标准溶液(不是零标准溶液)测量10次吸光度，其标准偏差应不超过最高溶液平均吸光度的0.5%。

—工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于0.7。

B.5 试样

试样开封后立即称量。

B.6 分析步骤

B.6.1 测定数量

称取两份试料，进行平行测定，取其平均值。

B.6.2 试料

按表1称取试样，精确至0. 000 1 g。

表1

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 氧化钾量/% | 试料/g | 钾标准溶液加入量/mL |
| 0.0002～0.0010 | 5.0 | 0.00, 0.50, 1.00，1.50 |
| >0.0010～0.0040 | 2.0 | 0.00, 1.50, 3.00，4.50 |

B.6.3 空白试验

随同试料进行空白试验。

B.6.4 测定

B.6.4.1试料的溶解

将氢氧化铈试料（B.6.2）置于200 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入盐酸（B.3.1）20-30 mL，低温加热溶解完全，加入25 mL水，加热煮沸，加25 mL近沸的草酸溶液(B.3.2)，冷却至室温。将溶液过滤至100 mL容量瓶中(用水洗烧杯和沉淀5次-6次)，用水稀释至刻度，混匀。

B.6.4.2 工作曲线的绘制与测定

B.6.4.2.1准确移取10 mL试液(B.6.4.1) 4份于一组25 mL容量瓶中，按表1分别加入不同量的钾标准溶液(B.3.4)，加入4 mL盐酸(B.3.1)，用水稀释至刻度，混匀。

B.6.4.2.2使用空气一乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长766.5 nm处测量钾的吸光度。以钾浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准加入曲线，用外推法从加入曲线上求出试液(B.6.4.1)的钾浓度。

B.7 分析结果的计算与表述

按式（2）计算氧化钾量的质量分数（％）表示：

……………………(2)

式中：

*c—*由标准加入法求得的被测溶液的钾含量，单位为微克每毫升(µg/mL) ;

*c*0*—*由标准加入法求得的试料空白溶液的钾含量，单位为微克每毫升(µg/mL) ;

*V—*试液总体积，单位为毫升(mL) ;

*V*1*—*分取试液的体积，单位为毫升(mL) ;

*V*2*—*被测溶液的体积，单位为毫升(mL) ;

*1.2041 —*氧化钾与钾的换算系数；

*m —*试料的质量，单位为克(g)。

B.8 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

|  |  |
| --- | --- |
| 氧化钾量/% | 允许差/% |
| 0.0002～0.0010 | 0.0003 |
| >0.0010～0.0040 | 0.0004 |

B.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）校核一次本部分分析方法的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误，重新进行校核。