

中华人民共和国国家市场监督管理总局

中国国家标准化管理委员会

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

离子型稀土矿混合稀土氧化物

化学分析方法　第4部分：

三氧化二铁含量的测定

Chemical analysis methods of mixed rare earth oxide of ion-absorption

rare earth ore—

Part 4：Determination of iron trioxide content

(预审稿)

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

CCS H 14

CCSc

GB/T18882.4—202X

发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是GB/T 18882《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法》的第4部分。GB/T 18882已经发布了以下部分：

——第1部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定；

——第2部分：三氧化二铝量的测定；

——第3部分：二氧化硅含量的测定；

——第4部分：三氧化二铁含量的测定。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口。

本文件起草单位：福建省长汀金龙稀土有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、赣州有色冶金研究所有限公司、国合通用测试评价认证股份公司、中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司、赣州稀土友利科技开发有限公司、江西理工大学、国瑞科创稀土功能材料（赣州）有限公司

本文件主要起草人：

本文件于202X年首次发布，本次为第一次制定。

离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法

第4部分：三氧化二铁含量的测定

1. 范围

本文件描述了离子型稀土矿混合稀土氧化物、碳酸盐、草酸盐、氯化稀土料液中三氧化二铁含量的测定方法。

本部分适用于离子型稀土矿混合稀土氧化物、碳酸盐、草酸盐、氯化稀土料液中三氧化二铁含量的测定。测定范围（质量分数）：0.010%～2.00%。

1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682　分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170　数值修约规则与极限数值的表示和判定

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 方法提要

试样经盐酸、氢氟酸分解，高氯酸冒尽烟后，用盐酸溶解至清亮，采用近似基体匹配法消除稀土基体干扰，直接以氩等离子体光源激发，进行光谱测定。

5　试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上试剂和符合实验室GB/T6682规定的三级水。液体试剂均保存于塑料瓶中。优先使用有证标准溶液。

5.1　过氧化氢[*w*（H2O2）≥30%]

5.2 氢氟酸（*ρ=*1.13 g/mL）

5.3　高氯酸（*ρ=*1.67g/mL）

5.4　硝酸（*ρ=*1.42 g/mL）

5.5 盐酸（1+1）

5.6　三氧化二铁标准贮存溶液：准确称取1.000 0 g经105 ℃干燥至恒重的三氧化二铁［*ω*（Fe2O3）≥99.99％]于250 mL烧杯中，加20 mL盐酸（5.5），加入5 mL过氧化氢（5.1），低温加热分解至清亮，冷却至室温，移入1000 mL容量瓶中用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg三氧化二铁。

5.7　三氧化二铁标准溶液：移取三氧化二铁标准贮存溶液（5.6）10.00 mL于100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（5.5）以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含三氧化二铁100 μg。

5.8　混合稀土氧化物标准贮存溶液：按表1称取除氧化铈和氧化铽外的各单一稀土氧化物［*ω*（REO）≥99.5%，稀土相对纯度≥99.99%，*ω*（Fe2O3）＜0.001%］于同一300 mL烧杯中，用少量水润湿、加入80 mL盐酸（5.5），低温加热分解至清亮，取下冷却至室温；按表1称取氧化铈和氧化铽［*ω*（REO）≥99.5%，稀土相对纯度≥99.99%，*ω*（Fe2O3）＜0.001%］于同一100 mL烧杯中，用少量水润湿、加入5 mL硝酸（5.4），加入2 mL过氧化氢（5.1），低温加热分解至清亮，取下冷却至室温；将两组溶液移入同一1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此标准溶液1 mL含10 mg混合稀土氧化物。

表1 混合稀土氧化物标准贮存溶液称样量

 单位为毫克

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧化物 | La2O3 | CeO2 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 | Tb4O7 |
| 称样量 | 2000 | 300 | 500 | 2000 | 500 | 100 | 500 | 100 |
| 氧化物 | Dy2O3 | Ho2O3 | Er2O3 | Tm2O3 | Yb2O3 | Lu2O3 | Y2O3 | 合计 |
| 称样量 | 500 | 50 | 300 | 50 | 300 | 50 | 2750 | 1. 000
 |

* 1. 氩气（体积分数≥99.99%）。

6　仪器设备

6.1 电子天平：分度值0.1 mg。

6.2 电感耦合等离子体发射光谱仪。

在仪器正常工作状态下，凡达到下列指标均可使用：

——分辨率：小于0.006 nm（200 nm处）；

——重复性：用1.00 mg/L的铜标准溶液，连续10次测量标准溶液，计算10次测量值的相对标准偏差（RSD）≤1.5%；

——稳定性：用1.00 mg/L的铜标准溶液，在不少于2 h内，间隔15 min以上，重复6次测量标准溶液，计算6次测量值的相对标准偏差（RSD）≤2.0%。

7　样品

7.1离子型稀土矿混合稀土氧化物样品应在105 ℃~110 ℃烘2 h，置于干燥器中冷却至室温，研磨均匀，立即称量。

7.2离子型稀土矿混合草酸盐、混合稀土碳酸盐样品经950 ℃灼烧至恒重后，置于干燥器中冷却至室温，研磨均匀，立即称量。

7.3离子型稀土矿混合氯化稀土料液直接移取。

8　试验步骤

8.1　试料

8.1.1 离子型稀土矿混合稀土氧化物、混合稀土草酸盐、混合稀土碳酸盐样品：称取0.25 g试样（7），精确至0.0001 g。

8.1.2 离子型稀土矿混合氯化稀土料液：准确移取当于氧化稀土质量0.250 g的试样（7.3），精确至0.01 mL。

8.2　平行试验

称取两份试样，进行平行测定，取其平均值。

8.3　空白试验

随同试料做空白试验。

8.4　分析试液的制备

8.4.1 离子型稀土矿混合稀土氧化物、混合稀土草酸盐、混合稀土碳酸盐：将试料（8.1.1）置于聚四氟乙烯烧杯中，加5 mL盐酸（5.5），加入1 mL过氧化氢（5.1），低温加热分解3 min，加入5 mL氢氟酸（5.2）继续分解5 min，加入8 mL高氯酸（5.3）冒烟并蒸干，取下稍冷后加入5 mL盐酸（5.5），滴加3~5滴过氧化氢（5.1），分解清亮转移到250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 离子型稀土矿混合氯化稀土料液：将试料（8.1.2）转移至250 mL容量瓶中，5 mL盐酸（5.5），用水稀释至刻度，混匀。若试料浑浊，将试料（8.1.2）置于聚四氟乙烯烧杯中，按照8.4.1进行。

8.5　标准系列溶液的配制

8.5.1 空白试验用系列标准溶液的配制

分别准确移取0 mL、0.10 mL、0.25 mL、0.50 mL三氧化二铁标准溶液（5.7）于1～3号100 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸（5.5），用水稀释至刻度，混匀。此标准系列溶液每1.00 mL含0 μg、0.10 μg、0.25 μg、0.50 μg的三氧化二铁。

8.5.2 分析试验用系列标准溶液的配制

分别移取10.00 mL混合稀土氧化物标准贮存溶液（5.8）于1～6号100 mL容量瓶中，再准确移取0 mL、0.50 mL、2.00 mL、5.00 mL三氧化二铁标准溶液（5.7）于1～4号100 mL容量瓶中、1.00 mL、2.00 mL三氧化二铁标准贮存溶液（5.6）于5～6号100 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸（5.5），用水稀释至刻度，混匀。此标准系列溶液每1.00 mL含0 μg、0.50 μg、2.00 μg、5.00 μg、10.00 μg、20.00 μg的三氧化二铁。

8.6 工作曲线的绘制与测定

8.6.1 推荐分析谱线

推荐分析谱线波长见表2。

表2 推荐分析谱线波长

单位为纳米

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 波长 |
| Fe | 239.562、259.940、261.187 |

9　试验数据处理

9.1 离子型稀土矿混合稀土氧化物、混合稀土草酸盐、混合稀土碳酸盐中对应测量基础状态（烘后或烧后）试样中的三氧化二铁含量，三氧化二铁含量以质量分数（*ω）*计，按公式（1）计算：

…………………（1）

式中：

*c1*——待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*c0*——空白试液（8.3）中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V1*——分析试液（8.4.1）的体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）。

9.2 离子型稀土矿混合氯化稀土料液中三氧化二铁含量，三氧化二铁含量以微克每毫升计，按公式（2）计算：

…………………（2）

式中：

*c1*——待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*c0*——空白试液（8.3）中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V1*——分析试液（8.4.2）的体积，单位为毫升（mL）；

*V*——移取试料的体积，单位为毫升（mL）。

两次平行测定结果的绝对差值不大于表3中相应重复性限时，取其平均值作为测定结果，所得结果保留两位有效数字，数值修约按GB/T 8170的规定执行。

10　精密度

10.1　重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3　重复性限(*r*)

|  |  |
| --- | --- |
| 三氧化二铁的质量分数/% | 重复性限(*r*)/% |
| 0.027 | 0.0029 |
| 0.124 | 0.0062 |
| 0.570 | 0.024 |
| 1.070 | 0.028 |
| 1.687 | 0.075 |

10.2　再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的的绝对差值不大于再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按4数据采用线性内插法或外延法求得。

表4　再现性限（*R*）

|  |  |
| --- | --- |
| 三氧化二铁的质量分数/% | 再现性限(R)/% |
| 0.027 | 0.0038 |
| 0.124 | 0.0122 |
| 0.570 | 0.042 |
| 1.070 | 0.046 |
| 1.687 | 0.111 |