

国家市场监督管理总局

 **国家标准化管理委员会** 发布

201×-××-××实施

201×-××-××发布

氯化镧

Lanthanum chloride

（送审稿）

（在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上）

GB/T ××××—202×

中华人民共和国国家标准

**ICS** 77.120.99

**CCS H** 65

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。

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：四川省乐山锐丰冶金有限公司、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、天津包钢稀土研究院有限责任公司、中国南方稀土集团有限公司、包头华美稀土高科有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、赣州湛海新材料科技有限公司、包头市京瑞新材料有限公司、包头稀土研究院、瑞科稀土冶金及功能材料国家工程研究中心有限公司、国瑞科创稀土功能材料（赣州）有限公司、四川江铜稀土有限责任公司、江西金世纪新材料股份有限公司、有研稀土新材料股份有限公司、包钢稀土国贸公司

本文件主要起草人：冯新瑞、许思玉、孙祥、刘卫、李璐、吴玉春、许国华、姚南红、祝文才、张瑞祥、崔建国、张升强、刘为振、罗祖龙、刘建刚、徐会兵、高晓慧

氯化镧

1 范围

本文件规定了氯化镧的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件。

本文件适用于化学法制得的氯化镧，可供制备石油裂解催化剂、汽车尾气催化剂、新型环保材料和其它镧化合物等。

2 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 6682-2008 实验室分析用水规格和试验方法

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 15676-2015 稀土术语

GB/T 16484 （所有部分）氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法

GB/T 18115.1 稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法 镧中铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定

GB 39176 稀土产品的包装、标志、运输和贮存

HJ 1075-2019 水质 浊度的测定 浊度计法

JJG 119-2018 实验室pH（酸度）计

3 术语与定义

下列术语和定义适用于本文件。

浊度 turbidity

在规定条件下，一定量的产品在水中或一定酸度条件下溶解后的浑浊度。是由于液体中对光有散射作用的物质存在，而引起液体透明度降低的一种量度。液体中悬浮及胶体微粒会散射和吸收通过样品的光线，光线的散射现象产生浊度，利用样品中微粒物质对光的散射特性表征浊度，测量结果单位为NTU。

[来源：GB/T 15676-2015，2.25；HJ 1075-2019，3.1，有修改]。

4 分类

4.1 产品分类

产品有固体和液体两种形态。固体产品按化学成分分为:LaCl3-4NA、LaCl3-4NB、LaCl3-3NA、LaCl3-3NB、LaCl3-2N5A、LaCl3-2N5B六个牌号；液体产品按化学成分分为LaCl3-4N(L)、LaCl3-3N(L)、LaCl3-2N5(L)三个牌号。

4.2 产品牌号

氯化镧牌号共分为三个层次。其中第一层次表示产品氯化镧，用元素符号“LaCl3”表示；第二个层次表示产品的规格，以4N、3N、2N5分别表示稀土相对纯度，以A、B区别固体氯化镧非稀土杂质含量的不同；第三个层次区分产品固液形态，(L)表示液体产品，无标注时表示固体产品。

具体表示方法如下：

LaCl3 - ××× （L）

区分产品固液形态

表示产品的规格

氯化镧化学式

牌号示例：LaCl3-3NA表示La2O3/REO不小于99.9%的非稀土杂质较低的固体氯化镧；LaCl3-3N (L) 表示La2O3/REO不小于99.9%的液体氯化镧。

5 技术要求

5.1 化学成分

5.1.1 固体氯化镧产品化学成分应符合表1规定。如需方对产品有特殊要求，供需双方可另行协商确定。

表1 固体氯化镧牌号及化学成分

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 产品牌号 | LaCl3-4NA | LaCl3-4NB | LaCl3-3NA | LaCl3-3NB | LaCl3-2N5A | LaCl3-2N5B |
| 化学成分（质量分数）/ % | REO，不小于 | 43.0 | 45.0 | 43.0 | 45.0 | 43.0 | 45.0 |
| La2O3/REO，不小于 | 99.99 | 99.99 | 99.9 | 99.9 | 99.5 | 99.5 |
| 杂质含量，不大于 | 稀土杂质/REO | CeO2 | 0.0015 | 0.0015 | 合量0.1 | 合量0.1 | 合量0.5 | 合量0.5 |
| Pr6O11 | 0.0015 | 0.0015 |
| Nd2O3 | 0.0010 | 0.0010 |
| Sm2O3 | 0.0010 | 0.0010 |
| Y2O3 | 0.0010 | 0.0010 |
| Eu2O3 | 其余合量0.0040 | 其余合量0.0040 | — | — | — | — |
| Gd2O3 |
| Tb4O7 |
| Dy2O3 |
| Ho2O3 |
| Er2O3 |
| Tm2O3 |
| Yb2O3 |
| Lu2O3 |
| 非稀土杂质 | Fe2O3 | 0.010 | 0.010 | 0.010 | 0.010 | 0.010 | 0.010 |
| CaO | 0.50 | 合量1.2 | 0.50 | 合量1.2 | 0.50 | 合量1.2 |
| MgO | — | — | — |
| BaO | 0.10 | 0.25 | 0.10 | 0.25 | 0.10 | 0.25 |
| Na2O | 0.10 | 0.25 | 0.10 | 0.25 | 0.10 | 0.25 |
| ZnO | 0.010 | — | 0.010 | — | 0.010 | — |
| PbO | 0.010 | — | 0.010 | — | 0.010 | — |
| ThO2 | 0.0010 | — | 0.0010 | — | 0.0010 | — |
| NH4Cl | 1.0 | 4.0 | 1.0 | 4.0 | 1.0 | 4.0 |
| SO42- | 0.010 | 0.030 | 0.010 | 0.030 | 0.010 | 0.030 |
| PO43- | 0.010 | 0.010 | 0.010 | 0.010 | 0.010 | 0.010 |
| 水不溶物 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 |

5.1.2 液体氯化镧产品化学成分应符合表2规定。如需方对产品有特殊要求，供需双方可另行协商确定。

表2 液体氯化镧牌号及化学成分

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 产品牌号 | LaCl3-4N(L) | LaCl3-3N(L) | LaCl3-2N5(L) |
| 化学成分 | REO/（g/L），不小于 | 260 | 260 | 260 |
| La2O3/REO，不小于/% | 99.99 | 99.9 | 99.5 |
| 杂质含量，不大于（质 量 分 数）/ % | 稀土杂质/REO | CeO2 | 0.0015 | 合量0.1 | 合量0.5 |
| Pr6O11 | 0.0015 |
| Nd2O3 | 0.0010 |
| Sm2O3 | 0.0010 |
| Y2O3 | 0.0010 |
| Eu2O3 | 其余合量0.0040 | —— | —— |
| Gd2O3 |
| Tb4O7 |
| Dy2O3 |
| Ho2O3 |
| Er2O3 |
| Tm2O3 |
| Yb2O3 |
| Lu2O3 |
| 非稀土杂质/REO | Fe2O3 | 0.020 | 0.020 | 0.020 |
| CaO | 合量2.50 | 合量2.50 | 合量2.50 |
| MgO |
| BaO | 0.50 | 0.50 | 0.50 |
| Na2O | 0.50 | 0.50 | 0.50 |
| ZnO | 0.10 | 0.10 | 0.10 |
| PbO | 0.050 | 0.050 | 0.050 |
| ThO2 | 0.0010 | 0.0010 | 0.0010 |
| NH4Cl | 5.0 | 5.0. | 5.0 |
| SO42- | 0.050 | 0.050 | 0.050 |
| PO43- | 0.010 | 0.010 | 0.010 |

5.2 浊度

氯化镧产品REO浓度260g/L的浊度宜不大于10NTU，该项目不做为必检项目。如需方有特殊要求，供需双方可另行协商确定。

5.3 pH值

常温下液体氯化镧产品稀释至REO浓度50g/L的pH值应为2~3。如需方有特殊要求，供需双方可另行协商确定。

5.4 外观质量

5.4.1 固体产品

5.4.1.1 LaCl3-4NA、LaCl3-3NA、LaCl3-2N5A三个牌号的固体产品为白色粒状或片状晶体；LaCl3-4NB、LaCl3-3NB、LaCl3-2N5B三个牌号的固体产品为白色块状或片状晶体。

5.3.1.2 产品应洁净，无目视可见夹杂物。

5.4.1.3 块状固体产品块径均不大于10cm。

5.4.2 液体产品

5.4.2.1 液体产品应清澈、透明。

5.4.2.2 液体产品应洁净，无目视可见的夹杂物或沉淀物。

6 试验方法

6.1 化学成分

6.1.1 固体产品稀土总量（REO）的分析方法按GB/T 14635的规定进行；液体产品稀土总量（REO）的分析方法中，取样量为20.00mL，称重，精确至0.0001g，用水稀释至200mL的容量瓶中混匀，其余按GB/T 14635的规定进行。

6.1.2 稀土杂质的分析方法按GB/T 18115.1的规定进行。固体产品称样量以稀土总量（REO）为基准折算后准确称取并溶解定容；液体产品取样量以稀土总量（REO）为基准折算后准确移取并稀释定容。

6.1.3 固体产品非稀土杂质含量及水不溶物等分析方法按GB/T 16484的规定进行；液体产品非稀土杂质含量的分析方法中，取样量以稀土总量（REO）为基准折算后分别准确移取并稀释定容，其余按GB/T 16484的规定进行。

6.2 浊度

浊度的测试方法按照附录A的规定进行。

6.3 pH值

pH值的测试方法按照附录B的规定进行。

6.4 外观质量

6.4.1自然散射光下，目视检查。

6.4.2固体产品用尺子测量产品尺寸。

6.5 数值修约

按GB/T 8170的规定进行。

7 检验规则

7.1检查与验收

7.1.1产品由供方质量检验部门或第三方进行检验，保证产品质量符合本文件及订货单的规定。

7.1.2 需方应对收到的产品进行检验，如检验结果与本文件规定不符时，固体产品应在收到之日起1个月内、液体产品应在收到之日起7日内向供方提出，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。

7.2 组批

产品应成批提交检验，每批应由同一牌号的产品组成。

7.3检验项目

每批产品应进行化学成分和外观质量检验。

7.4取样与制样

7.4.1 固体产品取样与制样

7.4.1.1 固体产品化学成分分析的取样件数按表3的规定进行。

表3 固体产品取样件数

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 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%向上取整数 | 件（袋）数的平方根向上取正整数 |

7.4.1.2固体产品从包装袋上开口平面位置处等边三角形的三个顶点及中心点四个点位（见图1），用取样工具垂直深入到 3/4 处取样，每件（袋）数取样量不少于100g，将试样迅速破碎混匀后，以四分法迅速缩分至试样所需数量，装入清洁的塑料试样袋真空保存。

图1 固体氯化镧取样平面点位示意图

7.4.2 液体产品取样与制样

液体产品每车溶液为一个批次，按批次100%取样，罐车装载物料用取样器按分层取样方式依上、中、下三个点位采集份样，每点采集的份样量不少于 200 毫升，每批次总取样量不少于800mL；吨桶车装载物料用取样器匀速、垂直在每批次的每1m3桶中上、中、下取样，保持每次取样体积基本一致，每批次总取样量不少于800mL；混匀样品，迅速分取四份试样，装入清洁干燥密封的容器中。

7.5检验结果判定

7.5.1 化学成分及pH值分析结果不符合本文件规定时，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。

7.5.2 外观质量的检验结果与本文件规定不符合时，则判该批产品为不合格。

8 标志、包装、运输、贮存及随行文件

8.1 标志、包装、运输、贮存

 产品的标志、包装、运输、贮存应符合GB 39176的规定。如需方对包装有特殊要求，可由供需双方协商确定。

8.2 随行文件

每批产品应附有随行文件，其中应包括质量证明书，质量证明书应符合GB 39176。此外还宜包括：

a) 产品合格证；

b) 产品质量控制过程中的检验报告及成品检验报告；

c) 产品使用说明书；

d) 其他。

附 录 A

（规范性）

氯化镧浊度的测定方法

A.1 方法提要

将样品以水配制成一定浓度的待测溶液，置于仪器样品池内。利用一束稳定光源通过盛有待测溶液的样品池，传感器处在与发射光线垂直的位置上测量散射光强度。光束射入样品时产生的散射光的强度与样品中浊度在一定浓度范围内成比例关系。

A.2 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。优先使用有证标准溶液。

A.2.1 实验用水

符合GB/T 6682规定的三级水，其浊度应低于方法检出限，否则须经滤膜过滤后使用。

A.2.2 六次甲基四胺（C6H12N4）

临用前取适量平布于表面皿上，置于硅胶干燥器中放置48h去除湿存水。

A.2.3 硫酸肼（N2H6SO4）。

临用前取适量平布于表面皿上，置于硅胶干燥器中放置48h去除湿存水。

A.2.4 浊度标准贮存溶液（4000NTU）

称取5.0g（准确至0.01g）六次甲基四胺和0.5g（准确到0.01g）硫酸肼，分别溶解于40mL实验用水中，合并转移至100mL容量瓶中，用实验用水稀释定容至刻度。在25℃±3℃下水平放置24h，制备成浊度为4000NTU的浊度标准贮备液。在室温条件下可保存6个月。也可购买市售有证标准样品。

A.2.5 浊度标准使用溶液（400NTU）

将浊度标准贮存液摇匀后，准确移取10.00mL至100mL容量瓶中，用实验用水稀释定容至刻度，摇匀，制备成浊度为400NTU的浊度标准使用溶液。在4℃以下冷藏条件下可保存1个月。

A.2.6 滤膜（孔径≤0.45μm，水相微孔滤膜）

临用前先用100mL试验用水浸泡1小时，以免滤膜碎屑影响空白。

A.3 仪器设备

A.3.1 浊度计。

——入射光波长：800nm±30nm（LED光源）或400nm~600nm（钨灯）。

——入射和平行光，散焦不超过1.5°；

——检测器处在于入射光垂直的位置上。

A.3.2 一般实验室常用玻璃器皿。

A.4 样品

A.4.1 固体氯化镧样品：片状或块状样品需破碎后，置于称量瓶中，立即称量。粒状样品开封后置于称量瓶中，立即称量。

A.4.2 液体氯化镧样品：样品开封后立即移取。

A.5 分析步骤

A.5.1 试料

A.5.1.1 固体氯化镧试料：称取一定质量的固体样品（A.4.1）。

A.5.1.2 液体氯化镧试料：移取一定量的液体样品（A.4.2）。

A.5.2 平行试验

平行做两份试验。

A.5.3 分析试液的制备

A.5.3.1 固体氯化镧分析试液：称取一定质量的固体试料，用水溶解，稀释成REO浓度为260g/L的分析试液待用。

A.5.3.2 液体氯化镧分析试液：移取一定质量的液体试料，用水稀释成REO浓度为260g/L的分析试液待用。

A.5.4 仪器自检

 按照仪器说明书打开仪器预热，仪器进行自检后待机。

A.5.5 校准

 将实验用水倒入样品池内，对仪器进行零点校准。按照仪器说明书将浊度标准使用液稀释成不同浓度点，分别润洗样品池数次后，缓慢倒至样品池刻度线。按仪器提示或仪器说明书的要求进行标准系列校准。

A.5.6 测定

将待测试液摇匀，等可见的气泡消失后，用少量样品润洗样品池数次。将完全均匀的样品缓慢倒入样品池至刻度线。按仪器说明书进行测定，待读数稳定后记录。

A.5.7 空白测定

按照与样品测定相同的测定条件进行实验用水的测定。

A.6 结果的计算与表示

按照仪器显示直接读出测定结果。当测定结果小于10NTU时，保留小数点后一位；测定结果大于或等于10NTU时，保留至整数位。

附 录 B

（规范性）

液体氯化镧pH值的测定方法

B.1 方法提要

样品以水配制成一定浓度的被测溶液后，将规定的指示电极和参比电极浸入同一被测溶液中，构成一原电池，其电动势与溶液的pH值有关，通过测量电池的电动势即可得出溶液的pH值。

B.2 试剂

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GB/T 6682规定的三级水。优先使用有证标准溶液。

B.2.1 草酸盐标准缓冲溶液

称取12.71g四草酸钾[KH3(C2O4)2·2H2O]，溶于无二氧化碳的水，稀释至1000mL。此溶液的浓度*c*[KH3(C2O4)2·2H2O]为0.05mol/L。

B.2.2 酒石酸盐标准缓冲溶液

在25℃时，用无二氧化碳的水溶解外消旋的酒石酸氢钾(KHC4H4O6)，并剧烈振荡至饱和溶液。

B.2.3 邻苯二甲酸盐标准缓冲溶液

称取10.21g于110℃干燥1h的邻苯二甲酸氢钾(C6H4CO2HCO2K)，溶于无二氧化碳的水，稀释至1000mL。此溶液的浓度(C6H4CO2HCO2K)为0.05mol/L。

B.2.4 磷酸盐标准缓冲溶液

称取3.40g磷酸二氢钾(KH2PO4)和3.55g磷酸氢二钠(Na2HPO4)，溶于无二氧化碳的水，稀释至1000mL。磷酸二氢钾(KH2PO4)和3.55g磷酸氢二钠(Na2HPO4)需预先在120℃±10℃干燥2h，此溶液的浓度*c*(KH2PO4)为0.025mol/L，*c*(Na2HPO4)为0.025mol/L。

表1 不同温度时各标准缓冲溶液的pH值

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 值pH温度℃缓冲溶液 | 5 | 10 | 15 | 20 | 25 | 30 | 35 | 40 |
| 草酸盐标准缓冲溶液 | 1.67 | 1.67 | 1.67 | 1.68 | 1.68 | 1.69 | 1.69 | 1.69 |
| 酒石酸盐标准缓冲溶液 | — | — | — | — | 3.56 | 3.55 | 3.55 | 3.55 |
| 邻苯二甲酸盐标准缓冲溶液 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.01 | 4.01 | 4.02 | 4.04 |
| 磷酸盐标准缓冲溶液 | 6.95 | 6.92 | 6.90 | 6.88 | 6.86 | 6.85 | 6.84 | 6.84 |

B.3 仪器设备

B.3.1 酸度计。

应符合JJG119-2018的4中“0.01级”的要求。

B.3.2 电极

pH复合电极。

B.3.2 电磁搅拌器。

B.4 样品

液体氯化镧样品开封后立即移取。

B.5 试验步骤

B.5 试验步骤

B.5.1 试料

 吸取一定量样品（B.4）。

B.5.2 平行试验

 平行做两份试验。

B.5.3 分析试液的制备

移取一定量的氯化镧试料，用水稀释成REO浓度为50g/L的分析试液待用。

B.5.4 仪器自检

 按照仪器说明书打开仪器预热，仪器进行自检，仪器进入测量状态。

B.5.5 校准

 根据所测试液的pH值范围，选择合适的标准缓冲溶液，按仪器提示或仪器说明书的要求进行校准。

B.5.6 测定

用水冲洗电极，再用样品溶液洗涤电极，将电极置于待测试液中，开启电磁搅拌器，按仪器说明书进入测定，待读数稳定后记录。

B.6 结果的计算与表示

按照仪器显示直接读出测量结果。平行测定的pH值允许差不得大于±0.02。