

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN 0065.1~0065.3—92

出口富铈、富钇、钐铈钆氧化物中 水分、灼减量 and 稀土总量测定方法

Methods for determination of moisture, ignition
loss and TREO content for export Europium-Rich,
Yttrium-Rich, Sm-Eu-Gd oxides

1993-12-24 发布

1993-05-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口富铈、富钇、钕铈钇 氧化物测定方法 重量法测定稀土氧化物总量

SN 0065.3—92

Method for determination of total rare earth oxides content
for export Europium-Rich, Yttrium-Rich, Sm-Eu-Gd
oxides—Gravimetric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了富铈、富钇和钕铈钇氧化物中稀土氧化物总量的测定。测定范围:85%~99%。

当样品含铁、铝和钙(8mg 铝、10mg 铁和 5mg 钙)较高时,在氨水沉淀稀土操作中,应加入 5g 氯化铵和 25~30mL 三乙醇胺(1+2),沉淀稀土后,改用 30mL 氨水($\text{pH} \geq 9.2$)。

2 引用标准

GB 4471 化工产品试验方法精密度 室内试验重复性和再现性的确定

GB 6379 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性

3 方法原理

将试料(6.1)经硝酸-高氯酸溶解并使硅脱水,过滤除去硅和不溶物。滤液以氨水沉淀稀土,加入动物胶凝聚稀土,使稀土与钙、镁、钪分离。稀土用草酸沉淀,进一步与铁、铝等非稀土杂质分离。沉淀经过滤、灰化和灼烧,以稀土氧化物形式称重。

4 试剂和材料

- 4.1 高氯酸(ρ 1.67g/mL)。
- 4.2 硝酸(ρ 1.42g/mL)。
- 4.3 盐酸(ρ 1.19g/mL)。
- 4.4 过氧化氢(30%)。
- 4.5 动物胶(10g/L):称取 1g 动物胶溶于 100mL 热水中。当天配制。
- 4.6 氨水(ρ 0.9g/mL)。
- 4.7 氨-氯化铵洗液:称取 2g 氯化铵溶于 90mL 水中,加 10mL 氨水(4.6), $\text{pH} \geq 9.2$ 。
- 4.8 草酸溶液(90g/L)。
- 4.9 草酸洗液(20g/L)。
- 4.10 甲酚红指示剂(1g/L):称取甲酚红 0.1g,加 20mL 乙醇溶解,用水稀释至 100mL,混匀。
- 4.11 盐酸(1+49)。
- 4.12 氨水(1+1)。

中华人民共和国国家进出口商品检验局 1992-12-24 批准

1993-05-01 实施

5 试样

将标准号 SN 0065.1 试样(4)经 950℃ 灼烧 1h, 置于干燥器中, 冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料用差减法称取 0.3~0.4g 试料(5), 精确至 0.000 1g。

6.2 测定次数

分析时称取两份试料进行测定, 在符合精密度要求下, 取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 400mL 高形烧杯中, 加几滴水润湿试料, 小心加入 10mL 硝酸(4.2)和 10mL 高氯酸(4.1), 摇动, 盖上表面皿, 置于电热板上加热溶解试料, 继续加热至近干(约 1~2mL), 取下稍冷。加 10mL 盐酸(4.3), 用盐酸(4.11)淋洗表面皿和烧杯壁, 加数滴过氧化氢(4.4), 加热煮沸 1min, 取下稍冷, 趁热用慢速滤纸过滤, 用 300mL 烧杯承接滤液, 以热的盐酸(4.11)洗烧杯和表面皿共 6 次, 滤纸 4 次。保留滤液 A, 弃去不溶残渣。

6.4.2 将滤液 A 用水稀释至约 100mL, 加热近沸, 在不断搅拌下, 滴加氨水(4.6)至刚出现沉淀不消失, 再加入 10mL 动物胶, 在不断搅拌下, 继续滴加氨水(4.6)15mL (pH≥9.2)用 pH 试纸试之。加热至沸, 取下放置稍冷, 趁温热下用慢速定量滤纸过滤, 用温热的氨-氯化铵洗液(4.7)洗烧杯 4 次, 沉淀 5 次。保留沉淀 B, 弃去滤液。

6.4.3 将沉淀 B 放回原烧杯中, 加约 100mL 水, 捣碎滤纸, 煮沸, 加 50mL 近沸的草酸溶液(4.8), 用一小片滤纸擦洗烧杯上附着的白色沉淀, 充分搅拌 1min, 放置 15min, 加入数滴甲酚红指示剂(4.10), 用氨水(4.12)调节溶液至橙红色 (pH1.6~1.7), 放置过夜。

6.4.4 用慢速定量滤纸过滤, 以草酸洗液(4.9)洗烧杯 3~5 次, 用滤纸片擦净烧杯, 将沉淀全部转移到滤纸上, 洗涤沉淀 7~8 次。将沉淀放入已恒重的铂坩埚中, 置于电炉上小心烘干灰化, 移入高温炉内, 从低温升至 950℃, 保持灼烧 1h, 取出稍冷, 移入干燥器中冷却 30min, 称重。如此反复灼烧至恒重。

7 分析结果的计算和表达

稀土氧化物总量的百分含量按式(1)计算:

$$\text{TREO}_{\text{灼烧}}(\%) = \frac{m_1 - m_2 - m_3}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中: m_1 ——稀土氧化物和坩埚的总质量, g;

m_2 ——空坩埚的质量, g;

m_3 ——空白的质量, g;

m ——试料的质量, g。

所得结果应表示至二位小数。

当合同规格已定水分时, 按式(2)换算为烘干后的 TREO。

$$\text{TREO}_{\text{烘干}}(\%) = \text{TREO}_{\text{灼烧}} \times [1 - \text{灼减量}(\%)] \quad (2)$$

当合同规格未定水分时, 按式(3)换算为实际的 TREO。

$$\text{TREO}_{\text{实际}}(\%) = \text{TREO}_{\text{灼烧}} \times [1 - \text{灼减量}(\%) - \text{水分}(\%)] \quad (3)$$

8 精密度

8.1 由同一操作人员, 在同一实验室内, 使用同一仪器, 并在短期内, 对相同试样所作两个单次测定结

果之间的差值超过重复性,20次中不多于1次。

由两名操作人员,在不同实验室内,对相同试样所作两个单次测定结果之间的差值超过再现性,20次中不多于1次。

如果两个单次测定结果之间的差值超过了相应的重复性或再现性值,则认为这两个结果是可疑的。

水平范围, %	重复性 r , %	再现性 R , %
85~99	0.40	0.55

8.2 由重复性 r 和再现性 R 导出其他临界差值计算公式参阅 SN 0065.1。

附加说明:

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国广东进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人李锦兴。