

中华人民共和国国家标准

GB/T 18882.2—2008
代替 GB/T 18882.4~18882.5—2002

离子型稀土矿混合稀土氧化物 化学分析方法 三氧化二铝量的测定

Chemical analysis methods for mixed rare earth oxide
of ion-absorbed type RE ore—
Determination of aluminum oxide content

2008-06-17 发布

2008-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准共分两个部分。第1部分 GB/T 18882.1—2008《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法 十五个稀土元素氧化物的配分量的测定》；第2部分 GB/T 18882.2—2008《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法 三氧化二铝量的测定》。

本部分为第2部分。本部分是对 GB/T 18882.4—2002《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法 发射光谱法测定三氧化二铝量》和 GB/T 18882.5—2002《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法 EDTA 滴定法测定三氧化二铝量》的整合修订。本部分与 GB/T 18882.4—2002 和 GB/T 18882.5—2002 相比主要变化如下：

- 样品分解方法由酸溶加碱熔改为复合酸溶；
- 粉末发射光谱法改为等离子体发射光谱法；
- 增加了精密度(重复性)条款。

本部分由国家发展和改革委员会稀土办公室提出。

本部分由全国稀土标准化技术委员会归口。

本部分由赣州有色冶金研究所负责起草。

本部分方法1由广东珠江稀土有限公司、江阴加华新材料资源有限公司、上海跃龙新材料股份有限公司、赣州虔东实业(集团)有限公司、宜兴新威利成稀土有限公司参加起草。

本部分方法2由上海跃龙新材料股份有限公司、赣州虔东实业(集团)有限公司、广东珠江稀土有限公司参加起草。

本部分方法1主要起草人：刘鸿、潘建忠。

本部分方法2主要起草人：杨峰、钟道国、黎英。

本部分方法1参加起草人：邓汉芹、赵峰、姚南红、李小军、蒋伟。

本部分方法2参加起草人：张飞、姚南红、梁志杰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 18882.4—2002；
- GB/T 18882.5—2002。

离子型稀土矿混合稀土氧化物 化学分析方法 三氧化二铝量的测定

方法 1 等离子体发射光谱法

1 范围

本方法规定了离子型稀土矿混合稀土氧化物中三氧化二铝含量的测定方法。

本方法适用于离子型稀土矿混合稀土氧化物中三氧化二铝含量的测定。测定范围(质量分数): 0.030%~2.00%。

2 方法原理

试样经盐酸、氢氟酸分解,高氯酸冒尽烟后,加入草酸,调节至微酸性(pH1.5~2.0),使铝与稀土分离。加入硝酸和高氯酸破坏草酸根,以氩等离子体光源激发,进行光谱测定。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。

3.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.5 盐酸溶液(1+1)。

3.6 草酸溶液(100 g/L)。

3.7 甲酚红指示剂:称取 0.2 g 甲酚红,溶于 100 mL 乙醇溶液(1+1)中。

3.8 氨水溶液(1+1)。

3.9 铝标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铝(光谱纯,用前除尽表面氧化物)于 500 mL 烧杯中,加入水 50 mL,再加入 40 mL 盐酸(3.1),低温溶至清亮(溶解期间补加盐酸和水),冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸(5+95)稀至刻度,混匀。此标准溶液 1 mL 含 1 mg 铝。

3.10 铝标准溶液:移取 10.00 mL 铝标准贮存溶液(3.9)于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(3.1),用水定容,混匀。此标准溶液 1 mL 含 0.1 mg 铝。

3.11 氩气(>99.99%)。

4 仪器

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

4.2 光源:氩等离子体光源。

5 试样

5.1 试样粒度小于 0.074 mm。

5.2 试样预先在 105℃~110℃烘 1 h,置于干燥器中冷却至室温。

GB/T 18882.2—2008

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.100 0 g 试样(5.2)。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,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

6.4.1 将试料(6.1)置于 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 5 mL 盐酸(3.5),加热分解约 3 min,加入 2 mL 氢氟酸(3.2)继续分解 5 min,加入 5 mL 高氯酸(3.3)冒烟并蒸干,取下稍冷后加入 5 mL 盐酸(3.5)分解清亮,移入 200 mL 烧杯中,加入 10 mL 热的草酸溶液(3.6),摇匀后加入 3~5 滴甲酚红指示剂(3.7),用盐酸(3.5)和氨水(3.8)调成橘红色(pH1.5~2.0),于 40℃保温 30 min。

6.4.2 将试液移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度,摇匀。干滤,移取滤液 25.00 mL 于 200 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.4)和 5 mL 高氯酸(3.3),低温蒸发至冒尽白烟,取下冷却。

6.4.3 加入 5 mL 盐酸(3.5),吹水少许,于低温电炉上,微热至沸片刻,使盐类全部溶解,冷却后移入 25 mL 容量瓶中,以水定容混匀,待测。

6.5 标准系列溶液的配制

分别移取 0.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 铝标准溶液(3.10)于一系列 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(3.1),以水稀至刻度,混匀,待测。

6.6 测定

将标准系列溶液(6.5)和分析试液(6.4.3)按仪器最佳工作条件于 396.152 nm 处依次进行测定。

7 分析结果的计算

按式(1)计算三氧化二铝的质量分数 $w(\text{Al}_2\text{O}_3)$,数值以%表示:

$$w(\text{Al}_2\text{O}_3) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_1}{m_0 \times 10^6} \times 1.8895 \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_1 ——计算机输出的试样溶液中铝的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

ρ_0 ——计算机输出的空白溶液中铝的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_1 ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试样量,单位为克(g);

1.8895——三氧化二铝对铝的换算系数。

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)的情况不超过 5%。重复性限(r)按表 1 数据采用线性内插法求得:

表 1

三氧化二铝质量分数/%	重复性限(r)/%
0.76	0.07
1.44	0.12
2.00	0.20

注：重复性限(r)为 $2.8 \times S_r$, S_r 为重复性标准差。

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 2 所列允许差。

表 2

三氧化二铝质量分数/%	允许差/%
0.03~0.10	0.02
>0.10~0.50	0.05
>0.50~1.00	0.10
>1.00~1.50	0.15
>1.50~2.00	0.20

9 质量保证和控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

方法 2 EDTA 容量法

10 范围

本方法规定了离子型稀土矿混合稀土氧化物中三氧化二铝含量的测定方法。

本方法适用于离子型稀土矿混合稀土氧化物中三氧化二铝含量的测定。测定范围(质量分数): >2.00%~15.00%。

11 方法原理

试样经盐酸、氢氟酸、高氯酸分解,调节酸度(pH1.5~2.0),用草酸分离稀土,加入硝酸和高氯酸破坏草酸根,用 EDTA 络合铝,以二甲酚橙作指示剂,采用硫酸锌返滴定法测定 Al_2O_3 量。

12 试剂

- 12.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 12.2 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。
- 12.3 过氧化氢(30%)。
- 12.4 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。
- 12.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 12.6 草酸溶液(100 g/L)。
- 12.7 氢氧化钠溶液(200 g/L)。
- 12.8 盐酸溶液(1+1)。
- 12.9 盐酸溶液(1+4)。

GB/T 18882.2—2008

12.10 氨水溶液(1+1)。

12.11 EDTA(乙二胺四乙酸二钠)溶液(约为 0.05 mol/L):称取 20 g EDTA 溶于少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水定容,混匀。

12.12 甲酚红指示剂:称取 0.2 g 甲酚红,溶于 100 mL 乙醇溶液(1+1)中。

12.13 酚酞乙醇溶液(10 g/L)。

12.14 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5.5):称取 200 g 乙酸钠溶于少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 10 mL 冰乙酸,以水定容,混匀。

12.15 二甲酚橙指示剂(4 g/L):称取 0.4 g 二甲酚橙和 20 g 硝酸钾溶于少量水中,移入 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。贮存于棕色瓶中。

12.16 氟化钠溶液(40 g/L)。

12.17 铝标准溶液:称取 1.000 0 g 金属铝(光谱纯,用前除尽表面氧化物)于 500 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,再加入 40 mL 盐酸(12.1),低温溶至清亮(间补盐酸和水),冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸(5+95)稀至刻度,混匀。此标准溶液 1 mL 含 1 mg 铝。

12.18 硫酸锌溶液(约 0.1 mol/L):称取 30 g 固体硫酸锌($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$)溶于适量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。

12.19 硫酸锌标准溶液。

12.19.1 配制:称取 2.4 g 固体硫酸锌($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$)溶于少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。

12.19.2 标定:移取 10.00 mL 铝标准溶液(12.17)于 250 mL 锥形瓶中,加入 30 mL EDTA 溶液(12.11),并加入 1~2 滴酚酞指示剂(12.13),用氢氧化钠(12.7)中和至红色出现。用盐酸(12.9)中和至无色并过量 1 滴,加入 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(12.14),低温煮沸 1 min~2 min,取下冷却。以下按分析步骤(14.4.4)进行操作。

按式(2)计算硫酸锌标准溶液的浓度。

$$c = \frac{\rho_0 \cdot V_1}{M \cdot V_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- c ——硫酸锌的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- ρ_0 ——铝标准溶液质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- M ——铝的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- V_1 ——移取铝溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——消耗硫酸锌标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

13 试样

13.1 试样粒度小于 0.074 mm。

13.2 试样预先在 105℃~110℃烘 1 h,置于干燥器中冷却至室温。

14 分析步骤

14.1 试料

称取 0.25 g 试样(13.2),精确至 0.000 1 g。

14.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

14.3 空白试验

随同试料做空白试验。

14.4 测定

14.4.1 将试料(14.1)置于150 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入5 mL 盐酸(12.8),1 mL 过氧化氢(12.3)加热分解3 min,加入5 mL 氢氟酸(12.2)继续分解5 min,加入8 mL 高氯酸(12.4)冒烟并蒸干,取下稍冷后加入5 mL 盐酸(12.8)分解清亮,移入200 mL 烧杯中,加入热的10 mL 草酸溶液(12.6),摇匀后加入3~5滴甲酚红指示剂(12.12),用盐酸(12.9)和氨水(12.10)调成橘红色(pH1.5~2.0),于40℃保温30 min。将试液移入100 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。

14.4.2 将试液(14.4.1)用中速定量滤纸干滤于100 mL 烧杯中,移取50.00 mL 溶液于250 mL 锥形瓶中,加入10 mL 硝酸(12.5)和5 mL 高氯酸(12.4),低温蒸发至冒尽白烟,取下冷却,加入5 mL 盐酸(12.8),淋少许水,微热至沸片刻,使盐类全部溶解。

14.4.3 将试液(14.4.2)取下,加入30 mL EDTA 溶液(12.11),加入1~2滴酚酞指示剂(12.13),用氢氧化钠(12.7)中和至红色出现。用盐酸(12.9)中和至无色并过量1滴,加入20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(12.14),微沸1 min~2 min,取下冷却。

14.4.4 在试液(14.4.3)中加入2滴二甲酚橙指示剂(12.15),用硫酸锌溶液(12.18)滴定至接近红色,再用硫酸锌标准溶液(12.19)继续滴定至刚好出现纯红色(不计读数)。加入15 mL 氟化钠溶液(12.16),微沸1 min~2 min,取下冷却,用硫酸锌标准溶液(12.19)滴定至纯红色为终点。记录消耗的硫酸锌标准溶液(12.19)的体积。

15 分析结果的计算

按式(3)计算三氧化二铝的质量分数 $w(\text{Al}_2\text{O}_3)$,数值以%表示:

$$w(\text{Al}_2\text{O}_3) = \frac{c \times M \times (V_2 - V_0) \times V}{m_0 \times V_1 \times 10^3} \times 1.8895 \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

c ——硫酸锌标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——铝的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

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 ——试料消耗硫酸锌标准溶液,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白消耗硫酸锌标准溶液,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

1.8895——三氧化二铝对铝的换算系数。

16 精密度

16.1 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)的情况不超过5%。重复性限(r)按表3数据采用线性内插法求得:

表 3

三氧化二铝质量分数/%	重复性限(r)/%
2.00	0.15
5.00	0.20
9.27	0.25

注：重复性限(r)为 $2.8 \times S_r$ ， S_r 为重复性标准差。

16.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 4 所列允许差。

表 4

三氧化二铝质量分数/%	允许差/%
>2.00~5.00	0.20
>5.00~10.00	0.30
>10.00~15.00	0.40

17 质量保证和控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
离子型稀土矿混合稀土氧化物
化学分析方法 三氧化二钪量的测定
GB/T 18882.2—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

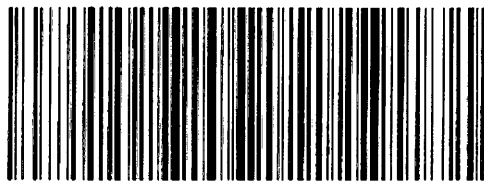
*

书号:155066·1-32897 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 18882.2-2008