

中华人民共和国国家标准

GB/T 18116.2—2008
代替 GB/T 18116.2—2000、GB/T 18116.3—2000

氧化钇铈化学分析方法 氧化铈量的测定

Chemical analysis methods of yttrium-europium oxides—
Determination of europium oxides

2008-03-31 发布

2008-09-01 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 18116.1—2000《氧化钇铈化学分析方法 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定氧化钇铈中氧化镧、氧化铈、氧化钍、氧化钷、氧化钆、氧化钫、氧化铪、氧化铊、氧化铀、氧化钍、氧化钷、氧化铈、氧化钍、氧化钆、氧化钫、氧化铪、氧化铊、氧化铀、氧化钷、氧化铈和氧化钍量》；第2部分GB/T 18116.2—2008《氧化钇铈化学分析方法 氧化钍量的测定》。

本部分为第2部分。本部分是对GB/T 18116.2—2000《氧化钇铈化学方法 电感耦合等离子体光谱法测定氧化钇铈中氧化钍量》和GB/T 18116.3—2000《氧化钇铈化学方法 荧光光度法测定氧化钇铈中氧化钍量》的整合修订,本部分与GB/T 18116.2—2000、GB/T 18116.3—2000相比主要变化如下:

——增加了精密度(重复性)条款;

——扩展了方法的测定范围;

——规范了标准文本的书写。

两个方法的分析范围有重叠部分时,以方法1作为仲裁方法。

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。

本部分方法1由上海跃龙新材料股份有限公司负责起草。

本部分方法1由江阴加华新材料资源有限公司、赣州有色冶金研究所参加起草。

本部分方法1 主要起草人:张飞、赵峰、金杰、俞秉彦。

本部分方法1 参加起草人:赵彦红、倪菊华、王寿虹、刘鸿、钟道国。

本部分方法2 由江阴加华新材料资源有限公司负责起草。

本部分方法2 由上海跃龙新材料股份有限公司、赣州有色冶金研究所参加起草。

本部分方法2 主要起草人:姚京暨、刘文华。

本部分方法2 参加起草人:张飞、金杰、杨峰、潘建忠。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 18116.2—2000;

——GB/T 18116.3—2000。

氧化钇钬化学分析方法

氧化钬量的测定

电感耦合等离子体光谱法(方法 1)

1 范围

本方法规定了氧化钇钬中氧化钬量的测定方法。

本方法适用于氧化钇钬中氧化钬量的测定。测定范围(质量分数)1.2.00%~8.00%。

2 方法原理

试样以盐酸溶解,在稀盐酸介质中,直接以氦等离子体光源激发,进行光谱测定,以基体匹配法校正基体对测定的影响。

3 试剂

3.1 盐酸(1+1),优级纯。

3.2 盐酸(1+19),优级纯。

3.3 氦气((质量分数)>99.99%)。

3.4 氧化钇贮存溶液:称取0.1000 g经900℃灼烧1 h的氧化钇(REO(质量分数)>99.9%, Y_2O_3/REO (质量分数)>99.99%),置于100 mL烧杯中,加入10 mL盐酸(1+1),低温溶解后,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg氧化钇。

3.5 氧化钬贮存溶液:称取0.1000 g经900℃灼烧1 h的氧化钬(REO(质量分数)>99.9%, Eu_2O_3/REO (质量分数)>99.99%),置于100 mL烧杯中,加入10 mL盐酸(1+1),低温溶解后,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg氧化钬。再将此溶液用盐酸(3.2)稀释成1 mL含0.1 mg氧化钬的标准溶液。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体光谱仪,分辨率<0.005 nm(200 nm处)。

4.2 光源:氦等离子体光源。

5 试样

将试样于900℃灼烧1 h,置于干燥器中,冷却至室温,立即称量。

6 分析步骤

6.1 分析试液的制备

6.1.1 准确称取0.1000 g试样(5)于50 mL烧杯中,用水湿润,加入10 mL盐酸(3.1),于低温溶解后冷却至室温,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.1.2 移取10.00 mL试液(6.1.1)于100 mL容量瓶中加入9 mL盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀,待测。

6.2 标准溶液的配制

将稀土氧化物贮存溶液(3.4~3.5)按表1分别移入100 mL的容量瓶中,用盐酸(3.2)稀释至刻度,混匀,制得标准溶液。

表 1

标准标号	Y ₂ O ₃ 质量浓度/(μg/mL)	Er ₂ O ₃ 质量浓度/(μg/mL)
1	100	0
2	98	2
3	96	4
4	94	6
5	92	8
6	90	10

6.3 测定

6.3.1 测定条件:分析线:728.9 nm、381.966 nm;线性范围 2.00%~8.00%。

6.3.2 将分析试液(6.1)与标准溶液(6.2)同时进行钇等离子体光谱测定。

7 分析结果的计算

按式(1)计算待测元素氧化物的质量分数 $w(\text{Er}_2\text{O}_3)$,数值以%表示。

$$w(\text{Er}_2\text{O}_3) = \frac{\rho \cdot V_1 + V_2 \times 10^3 \times 100}{m_0 \cdot V} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- ρ ——自工作曲线上查得被测元素氧化物的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试料的质量,单位为克(g);
- V_1 ——移取试液体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——测定试液体积,单位为毫升(mL)。

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的范围内,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 2 数据采用线性内插法求得;

表 2

氧化钇(质量分数)/%	重复性限(r)/%
2.24	0.036
4.46	0.050
7.94	0.080

注:重复性限(r)为 $2.8 \times S$, S 为重复性标准差。

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

氧化铈(质量分数)/%	允许相对差/%
2.00~4.00	5.0
4.00~8.00	2.5

9 质量保证与控制

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)校核一次本标准分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。

荧光光度测定氧化钪中氧化铈含量(方法 2)

10 范围

本方法规定了氧化钪中氧化铈含量的测定方法。

本方法适用于氧化钪中氧化铈含量的测定。测定范围(质量分数):2.00%~8.00%。

11 方法原理

试样以盐酸溶解,在稀盐酸介质中,三价钪离子在波长 395 nm 紫外光激发下产生荧光,于发射波长 593 nm 处测量其相对荧光强度。

12 试剂

12.1 氧化钪(Sc₂O₃) 质量分数 > 99.9%, Er₂O₃/REO 质量分数 > 99.99%。

12.2 氧化钪(REO) 质量分数 > 99.9%, Y₂O₃/REO 质量分数 > 99.99%。

12.3 盐酸(1+1)

13 仪器

荧光分光光度计,光源单色器,波长范围分辨率(200 nm~800 nm)。

14 试样

将试样于 900℃ 灼烧 1 h,置于干燥器中,冷却至室温,立即称量。

15 分析步骤

15.1 测定次数

称取二份试料,进行平行测定,取其平均值。

15.2 分析试液的制备

称取 10.000 0 g 试样(14),置于 500 mL 烧杯中,加入 30 mL 水,在不断搅拌和低温加热下,缓慢加入 50 mL 盐酸(12.3),待剧烈反应平静后继续加热至溶解完全,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中用水稀释至刻度,混匀。待用。

15.3 标准系列溶液的配制

按表 4 称取氧化钪(12.1)、氧化钪(12.2),置于 500 mL 烧杯中,加入 30 mL 水,在不断搅拌和低温加热下,缓慢加入 50 mL 盐酸(12.3),待剧烈反应平静后继续加热至溶解完全,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中用水稀释至刻度,混匀。分别配置成标准溶液。待用。

GB/T 18116.2—2008

表 4

标液 标号	氧化铈 /g	氧化钬 /g	氧化钪 /g	氧化铈/ 氧化钬+氧化钬 /%	标液 标号	氧化钬 /g	氧化钪 /g	氧化铈/ 氧化钪+氧化钬 /%
1	0.200 0	9.800 0	9.800 0	2.00	17	0.520 0	9.480 0	5.20
2	0.220 0	9.720 0	9.720 0	2.20	18	0.540 0	9.460 0	5.40
3	0.240 0	9.760 0	9.760 0	2.40	19	0.580 0	9.440 0	5.60
4	0.260 0	9.740 0	9.740 0	2.60	20	0.580 0	9.420 0	5.80
5	0.280 0	9.720 0	9.720 0	2.80	21	0.600 0	9.400 0	6.00
6	0.300 0	9.700 0	9.700 0	3.00	22	0.620 0	9.380 0	6.20
7	0.320 0	9.680 0	9.680 0	3.20	23	0.640 0	9.360 0	6.40
8	0.340 0	9.660 0	9.660 0	3.40	24	0.660 0	9.340 0	6.60
9	0.360 0	9.640 0	9.640 0	3.60	25	0.680 0	9.320 0	6.80
10	0.380 0	9.620 0	9.620 0	3.80	26	0.700 0	9.300 0	7.00
11	0.400 0	9.600 0	9.600 0	4.00	27	0.720 0	9.280 0	7.20
12	0.420 0	9.580 0	9.580 0	4.20	28	0.740 0	9.260 0	7.40
13	0.440 0	9.560 0	9.560 0	4.40	29	0.760 0	9.240 0	7.60
14	0.460 0	9.540 0	9.540 0	4.60	30	0.780 0	9.220 0	7.80
15	0.480 0	9.520 0	9.520 0	4.80	31	0.800 0	9.200 0	8.00
16	0.500 0	9.500 0	9.500 0	5.00	32	0.820 0	9.180 0	8.20

15.4 测定

15.4.1 根据氧化铈试样含量,按表 5 选择适当的标准溶液系列。

表 5

氧化铈(质量分数)/%	标准溶液系列范围(按表 4 序号)
2.00~4.00	1~12
>4.00~6.00	11~22
>6.00~8.00	21~32

15.4.2 按表 6 所列条件测量标准溶液、分析试液。以标准溶液的氧化钬量对氧化钪加氧化铈总量的质量分数为横坐标,其相对荧光强度位纵坐标绘制工作曲线。

表 6

激发波长	发射波长	激发单色器带宽	发射单色器带宽
395 nm	593 nm	20 nm	20 nm

16 分析结果的表述

按式(2)计算待测元素氧化铈的质量分数 $w(\text{Eu}_2\text{O}_3)$,数值以%表示。

$$w(\text{Eu}_2\text{O}_3) = \frac{P \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得被测元素氧化铀的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

17 精密度

17.1 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7数据采用线性内插法求得:

表 7

氧化铀(质量分数)/%	重复性限(r)/%
2.24	0.087
4.42	0.055
7.94	0.070

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

17.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表8所列允许差。

表 8

氧化铀(质量分数)/%	允许相对差/%
2.00~4.00	5
>4.00~8.00	2.5

18 质量保证与控制

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)校核一次本标准分析方法的有
效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

氯化钡钨化学分析方法

氯化钨量的测定

GB/T 18116.2-2008

*

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:63996946 63977548

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 12千字
2008年6月第1版 2008年6月第1次印刷

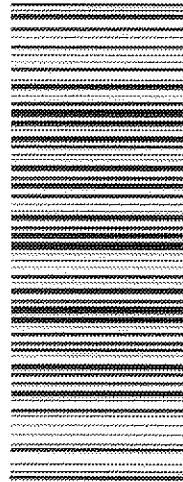
*

书号:155086·1-31659 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 18116.2-2008