

$$w(\text{ZrO}_2, \text{TiO}_2) = \frac{cVV_0 \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- c —— 被测试液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V —— 分析试液体积,单位为毫升(mL);
- V_0 —— 试液的总体积,单位为毫升(mL);
- V_1 —— 分取试液的体积,单位为毫升(mL);
- m —— 试料的质量,单位为克(g)。

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4数据采用线性内插法求得。

表 4

测定元素	质量分数/%	重复性限(r)/%
Nb ₂ O ₅	0.095	0.01
	0.22	0.02
ZrO ₂	1.01	0.08
	2.28	0.09
	5.40	0.10
TiO ₂	0.24	0.01
	0.54	0.02
	5.86	0.26

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应不大于表5所列允许差。

表 5

元素	含量/%	允许差/%
Nb ₂ O ₅	0.070~0.10	0.008
	0.10~0.20	0.02
ZrO ₂	1.00~2.00	0.10
	2.00~5.00	0.20
TiO ₂	0.10~0.50	0.02
	0.50~1.00	0.03
	1.00~4.00	0.20

9 质量保证和控制

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。



GB/T 18114.4-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-42505

定价: 14.00 元



中华人民共和国国家标准

GB/T 18114.4—2010

代替 GB/T 18114.4—2000、GB/T 18114.5—2000

稀土精矿化学分析方法 第4部分:氧化铌、氧化锆、 氧化钛量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Chemical analysis methods of rare earth concentrates—
Part 4: Determination of niobium oxide, zirconium oxide and titanium
oxide contents—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2011-01-14 发布

2011-11-01 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

GB/T 18114.4—2010

中华人民共和国
国家标准
稀土精矿化学分析方法
第4部分：氧化铌、氧化锆、
氧化钛量的测定
电感耦合等离子体发射光谱法
GB/T 18114.4—2010

*
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 0.5 字数 9 千字
2011年7月第一版 2011年7月第一次印刷
*
书号：155066·1-42505 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

表 1

标样溶液系列	五氧化二铌质量浓度/(μg/mL)	二氧化钛质量浓度/(μg/mL)
1	0.50	0.50
2	1.00	5.00
3	5.00	10.00

6.4.2 分取 0.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 二氧化钛标准溶液(3.9)，分取 0.50 mL、5.00 mL、15.00 mL 二氧化锆标准溶液(3.11)于一组 50 mL 容量瓶中，加入 2 mL 盐酸(3.5)，用水稀释至刻度，混匀。系列标准溶液的质量浓度见表 2。

表 2

标样溶液系列	氧化锆质量浓度/(μg/mL)	二氧化钛质量浓度/(μg/mL)
1	0.50	0.50
2	5.00	5.00
3	15.00	10.00

6.5 测定

6.5.1 分析线波长见表 3。

表 3

测定元素	波长/nm
Nb	288.317、295.088
Zr	343.823、327.307
Ti	333.520、323.904

6.5.2 按仪器工作参数依次测定系列标准溶液(6.4.1)、试样溶液(6.3.2)、加入标准溶液的试样溶液(6.3.4.1)、(6.4.3.2)和系列标准溶液(6.4.2)、试样溶液(6.3.3)。

7 分析结果的计算与表达

7.1 按式(1)计算氧化铌、氧化钛的质量分数(0.050%~0.50%)：

$$w(\text{Nb}_2\text{O}_5, \text{TiO}_2) = \frac{cVV_0 \times 10^{-6}}{mV_1 \left(\frac{K_1 + K_2}{2} \right)} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- c* —— 被测试液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；
- V* —— 分析试液体积，单位为毫升(mL)；
- V*₀ —— 试液的总体积，单位为毫升(mL)；
- V*₁ —— 分取试液的体积，单位为毫升(mL)；
- m* —— 试料的质量，单位为克(g)；
- K*₁ —— (试液(6.3.4.1)中被测元素的质量浓度(μg/mL) - 试液(6.3.2)中被测元素的质量浓度(μg/mL)) ÷ 0.8(μg/mL)；
- K*₂ —— (试液(6.3.4.2)中被测元素的质量浓度(μg/mL) - 试液(6.3.2)中被测元素的质量浓度(μg/mL)) ÷ 2(μg/mL)。

7.2 按式(2)计算氧化锆、氧化钛的质量分数(>0.50%~5.00%)：

3.13 五氧化二铈标准溶液:分取 5.00 mL 五氧化二铈标准贮存溶液(3.12)于 100 mL 容量瓶中,加入 3 mL 氢氟酸(3.6),用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 50 μg 五氧化二铈。

3.14 氙气[$w(\text{Ar}) > 99.99\%$]。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体光谱仪,分辨率 $<0.006\text{ nm}$ (200 nm 处)。

4.2 光源:氙等离子体光源。

5 试料

5.1 试样经研磨后通过 0.074 mm 筛。

5.2 试样经 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.5 g 试样(5),精确至 0.000 1 g。

6.2 测量次数

称取两份试料(6.1)进行平行测定,取其平均值。

6.3 分析试液的制备

6.3.1 试料的分解

将试料(6.1)置于 30 mL 镍坩埚(盛有 5 g 氢氧化钠(3.1)预先已加热除去水分)中,覆盖 2 g 过氧化钠(3.2),于电炉上加热除去水分,摇动坩埚使试样散开,盖好坩埚盖,置于 750 $^{\circ}\text{C}$ 马弗炉中熔融至樱红并保持 10 min~15 min(中间取出摇动一次),取出稍冷后,于聚四氟乙烯烧杯中用温水提取,用 0.5 mL 盐酸(3.5)洗坩埚内壁,用水洗出坩埚及盖,加热煮沸 1 min。取下稍冷后过滤,用氢氧化钠洗液(3.7)洗烧杯 2 次,洗沉淀 4 次。沉淀及滤纸放入原烧杯中,加入 20 mL 盐酸(3.5)及 30 mL 水,加热至滤纸破碎成浆状,滴加 3~5 滴氢氟酸(3.6),用水吹洗杯壁,加热至刚沸即取下,冷却后移入 100 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。干过滤。

6.3.2 测定氧化铈、氧化钛含量为 0.050%~0.50% 试料溶液的制备

分取 5.00 mL 滤液(6.3.1)于 25 mL 塑料容量瓶中,加 1 滴氢氟酸(3.6),用水稀释至刻度,混匀。

6.3.3 测定氧化锆、氧化钛含量为 $>0.50\%$ ~5.00% 的试料溶液的制备

分取 5.00 mL 滤液(6.3.1)于 100 mL 容量瓶中,加 3 mL 盐酸(3.5),用水稀释至刻度,混匀。

6.3.4 加入标准溶液的试料溶液的制备

6.3.4.1 分取 5.00 mL 滤液(6.3.1)于 25 mL 塑料容量瓶中,准确加入 0.40 mL 五氧化二铈标准溶液(3.13),二氧化钛标准溶液(3.9),加入 1 滴氢氟酸(3.6),用水稀释至刻度,混匀。

6.3.4.2 分取 5.00 mL 滤液(6.3.1)于 25 mL 塑料容量瓶中,准确加入 1.00 mL 五氧化二铈标准溶液(3.13),二氧化钛标准溶液(3.9),加入 1 滴氢氟酸(3.6),用水稀释至刻度,混匀。

6.4 系列标准溶液的配制

6.4.1 分取 0.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 二氧化钛标准溶液(3.9),分取 0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL 五氧化二铈标准溶液(3.13)于一组 50 mL 塑料容量瓶中,加入 2 滴氢氟酸(3.6),用水稀释至刻度,混匀。系列标准溶液的质量浓度见表 1。

前 言

GB/T 18114《稀土精矿化学分析方法》共分 11 个部分:

——第 1 部分:稀土氧化物总量的测定 重量法;

——第 2 部分:氧化钪量的测定;

——第 3 部分:氧化钙量的测定;

——第 4 部分:氧化铈、氧化锆、氧化钛量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;

——第 5 部分:氧化铝量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;

——第 6 部分:二氧化硅量的测定;

——第 7 部分:氧化铁量的测定 重铬酸钾滴定法;

——第 8 部分:十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;

——第 9 部分:五氧化二磷量的测定 磷钼钼蓝分光光度法;

——第 10 部分:水分的测定 重量法;

——第 11 部分:氟量的测定 EDTA 滴定法。

本部分为第 4 部分。

本部分是对 GB/T 18114.4—2000《独居石精矿化学分析方法 氧化钛量的测定》、GB/T 18114.5—2000《独居石精矿化学分析方法 氧化锆量的测定》的修订。

本部分与 GB/T 18114.4—2000、GB/T 18114.5—2000 相比,主要有如下变动:

——将用分光光度法测定钛、EDTA 滴定法测定锆调整为用电感耦合等离子体发射光谱法测定,同时增加了对铈量的测定;

——测定范围 ZrO_2 由 0.50%~4.00% 调整为 1.00%~5.00%; TiO_2 由 0.50%~4.00% 调整为 0.10%~4.00%;

——增加了精密度条款;

——增加了质量保证和控制条款。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分由包头稀土研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由包头稀土研究院起草。

本部分由内蒙古包钢稀土(集团)高科技股份有限公司、北京有色金属研究总院参加起草。

本部分主要起草人:崔爱端、金斯琴高娃。

本部分参加起草人:张玉龙、姚媛芳、郑昆、杨萍、陈云红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 18114.4—2000、GB/T 18114.5—2000。