

中华人民共和国稀土行业标准

XB/T 612.2—2009

表 5

稀土氧化物	稀土氧化物配分量/%	重复性限(r)
Y ₂ O ₃ 、La ₂ O ₃ 、CeO ₂ 、Pr ₆ O ₁₁ 、Nd ₂ O ₃ 、 Sm ₂ O ₃ 、Eu ₂ O ₃ 、Gd ₂ O ₃ 、Tb ₄ O ₇ 、Dy ₂ O ₃ 、 Ho ₂ O ₃ 、Er ₂ O ₃ 、Tm ₂ O ₃ 、Yb ₂ O ₃ 、Lu ₂ O ₃	0.11	0.01
	0.27	0.02
	0.45	0.03
	1.33	0.07
	2.15	0.11
	5.60	0.21
	7.09	0.25
	12.26	0.25
	18.09	0.52
	20.81	0.53
	77.28	0.62
93.11	0.78	

注：重复性限(r)为 2.8×Sr, Sr 为重复性标准差。

8.2 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 6 所列的允许差：

表 6

稀土氧化物	稀土氧化物配分量范围/%	允许差/%
Y ₂ O ₃ 、La ₂ O ₃ 、CeO ₂ 、Pr ₆ O ₁₁ 、Nd ₂ O ₃ 、 Sm ₂ O ₃ 、Eu ₂ O ₃ 、Gd ₂ O ₃ 、Tb ₄ O ₇ 、Dy ₂ O ₃ 、 Ho ₂ O ₃ 、Er ₂ O ₃ 、Tm ₂ O ₃ 、Yb ₂ O ₃ 、Lu ₂ O ₃	0.10~0.50	0.05
	>0.50~1.00	0.08
	>1.00~3.00	0.20
	>3.00~10.00	0.50
	>10.00~20.00	0.60
	>20.00~40.00	0.70
	>40.00~60.00	0.80
	>60.00~80.00	0.90
	>80.00~98.00	1.00

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。



XB/T 612.2-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-20295

定价: 14.00 元

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

钕铁硼废料化学分析方法
第 2 部分:十五个稀土元素氧化物
配分量的测定
电感耦合等离子体光谱法

Chemical analysis methods of scraps of neodymium iron boron—
Part 2: Determination of fifteen REO relative contents—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

表 3

标号	稀土氧化物配分量/%															
	Y ₂ O ₃	La ₂ O ₃	CeO ₂	Pr ₆ O ₁₁	Nd ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Eu ₂ O ₃	Gd ₂ O ₃	Tb ₄ O ₇	Dy ₂ O ₃	Ho ₂ O ₃	Er ₂ O ₃	Tm ₂ O ₃	Yb ₂ O ₃	Lu ₂ O ₃	RE ₂ O ₃
7#	10	10	10	35	0	10	2	0	10	0	5	2	2	2	2	100
8#	5	5	5	20	13.5	5	1.5	20	5	10	4	1.5	1.5	1.5	1.5	100
9#	2	2	2	10	33	2	1	10	2	30	2	1	1	1	1	100
10#	1	1	1	5	61.5	1	0.5	5	1	20	1	0.5	0.5	0.5	0.5	100
11#	0.5	0.5	0.5	1	88.5	0.5	0.1	2	0.5	5	0.5	0.1	0.1	0.1	0.1	100
12#	0	0	0	0	98	0	0	1	0	1	0	0	0	0	0	100

6.5 测定

6.5.1 推荐分析线见表 4。

表 4

元素	分析线/nm	元素	分析线/nm
La	412.323	Dy	387.212
Ce	413.323		340.780
Pr	440.884	Ho	341.646
Nd	445.157	Er	369.265
Sm	442.435	Tm	384.802
Eu	412.970	Yb	369.420
Gd	342.247	Lu	261.542
Tb	332.440	Y	371.029

6.5.2 将分析试液(6.1)与标准系列溶液(6.4)在仪器最佳条件下同时进行氩等离子体光谱测定。

7 分析结果的计算

按式(1)计算十五个稀土元素氧化物的配分量:

$$\text{配分量}(i) = \frac{w(i)}{\sum w(j)} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w(i)——待测稀土元素的氧化物量;

∑w(j)——各稀土元素氧化物量之和。

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 5 数据采用线性内插法求得。

中华人民共和国稀土
行业标准
钕铁硼废料化学分析方法
第 2 部分:十五个稀土元素氧化物
配分量的测定
电感耦合等离子体光谱法
XB/T 612.2—2009

*
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
2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷
*
书号: 155066·2-20295 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

- 3.16 氧化铈(REO>99.5%,Tm₂O₃/REO>99.99%)。
- 3.17 氧化镱(REO>99.5%,Yb₂O₃/REO>99.99%)。
- 3.18 氧化镨(REO>99.5%,Lu₂O₃/REO>99.99%)。
- 3.19 稀土氧化物混合标准贮存溶液:根据表2计算量称取相应的单一稀土氧化物(3.4~3.18,经950℃灼烧1h)于250 mL烧杯中,加30 mL盐酸(3.1)及10 mL硝酸(3.2),低温溶解,取下冷却,移入500 mL容量瓶中,补加盐酸(3.1)45 mL及硝酸(3.2)15 mL,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含稀土氧化物8 mg,各稀土氧化物配分量见表2。

表 2

标号	稀土氧化物配分量/mg															
	Y ₂ O ₃	La ₂ O ₃	CeO ₂	Pr ₆ O ₁₁	Nd ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Eu ₂ O ₃	Gd ₂ O ₃	Tb ₄ O ₇	Dy ₂ O ₃	Ho ₂ O ₃	Er ₂ O ₃	Tm ₂ O ₃	Yb ₂ O ₃	Lu ₂ O ₃	RE ₂ O ₃
1#	400	400	400	1 400	0	400	80	0	400	0	200	80	80	80	80	4 000
2#	200	200	200	800	540	200	60	800	200	400	160	60	60	60	60	4 000
3#	80	80	80	400	920	80	40	400	80	1 600	80	40	40	40	40	4 000
4#	40	40	40	200	2 460	40	20	200	40	800	40	20	20	20	20	4 000
5#	20	20	20	40	3 540	20	4	80	20	200	20	4	4	4	4	4 000
6#	0	0	0	0	3 920	0	0	40	0	40	0	0	0	0	0	4 000

3.20 氩气(纯度大于99.99%)。

4 仪器

- 4.1 计算机控制顺序扫描单色仪:倒数线色散率不大于0.26 nm/mm(一级光谱)。
- 4.2 光源:氩等离子体光源。

5 试样

- 5.1 炉渣料、块片料:经破碎、研磨、混均后立即称量。
- 5.2 干燥粉料:直接称样。
- 5.3 油泥料、潮湿粉料:称取30 g左右试样于100 mL瓷蒸发皿中,低温加热至干燥,烧尽试样表面油分及水分,冷却,立即研磨均匀。

6 分析步骤

6.1 试料

根据钕铁硼废料中稀土氧化物量,称量试样溶解并稀释至相应体积的容量瓶中,使测定溶液的稀土浓度为0.40 mg/mL,称量精确至0.000 1 g。

6.2 测定次数

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

6.3 分析试液的制备

按(6.1)称取试料置于150 mL烧杯中,加入30 mL盐酸(3.1)及10 mL硝酸(3.2),加热使试样分解完全。冷却,并按(6.1)要求移入相应容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,待测。

6.4 标准溶液的配制

用移液管分别移取稀土氧化物混合标准贮存溶液(3.19)的1#~6#各10.00 mL,分别置于200 mL容量瓶7#~12#中,各加入13.5 mL盐酸(3.1)及4.5 mL硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液稀土浓度各为0.4 mg/mL,各稀土氧化物配分量见表3。

前 言

XB/T 612《钕铁硼废料化学分析方法》分为以下2个部分:

- 第1部分:稀土氧化物总量的测定 重量法;
- 第2部分:十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体光谱法。

本部分为XB/T 612的第2部分。

本部分由全国稀土标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位:赣州虔东稀土集团股份有限公司。

本部分参加起草单位:内蒙古包钢稀土高科技股份有限公司、宜兴新威利成稀土有限公司。

本部分主要起草人:温斌、姚南红。

本部分参加起草人:曹俊杰、俞志春。