

中华人民共和国稀土行业标准

XB/T 619—2015

离子型稀土原矿化学分析方法 离子相稀土总量的测定

Chemical analysis methods of ion type rare earth ore— Determination of total rare earth ion phase

2015-04-30 发布 2015-10-01 实施

中华人民共和国稀土 行业标准 离子型稀土原矿化学分析方法 离子相稀土总量的测定

XB/T 619—2015

*

中国标准出版社出版发行 北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029) 北京市西城区三里河北街16号(100045)

> 网址:www.spc.org.cn 服务热线:400-168-0010 2016年1月第一版

> > *

书号: 155066 • 2-29377

版权专有 侵权必究

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准包含3个方法:方法1 电感耦合等离子体质谱法、方法2 电感耦合等离子体原子发射光谱法与方法3 EDTA容量法。当3个方法的测定范围出现重叠时,以方法1作为仲裁方法。

本标准由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)提出并归口。

本标准负责起草单位:赣州有色冶金研究所、有色金属技术经济研究院。

本标准参加起草单位: 虔东稀土集团股份有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、江西南方稀土高技术股份有限公司、包头稀土研究院、国家钨与稀土产品质量监督检验中心、全南县新资源稀土有限责任公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、广西地润矿业投资有限公司、广西壮族自治区冶金产品质量监督检验站。

本标准主要起草人:黎英、刘鸿、姚南红、陈燕、施意华、邱丽、李建亭、郝茜、陈文、刘平、谢璐、温斌、祁生平、张鹍、何耀、李毅、韦莉、叶春生、杨峰、周燕、陈绯宇、龚兴芳、黄肇敏、何小虎、王向红、高兰。

离子型稀土原矿化学分析方法 离子相稀土总量的测定

1 范围

本标准规定了离子型稀土原矿中离子相稀土总量的测定方法。

本标准适用于离子型稀土原矿中离子相稀土总量的测定,共包含 3 个方法:方法 1 电感耦合等离子体质谱法、方法 2 电感耦合等离子体原子发射光谱法与方法 3 EDTA 容量法。方法 1 的测定范围为: $0.010\%\sim0.50\%$;方法 2 的测定范围为: $0.020\%\sim0.50\%$;方法 3 的测定范围为: $0.020\%\sim0.50\%$ 。其中,方法 3 不适用于浸取后溶液中铁含量大于 10 用于浸取后或铜含量大于 5 铜含量大于的试样的测定。

2 方法 1:电感耦合等离子体质谱法

2.1 方法原理

试料经硫酸铵溶液浸取,在稀硝酸介质中,以氩等离子体为离子化源,用质谱法测定十五个稀土元素质量分数,各个质量分数之和即为离子相稀土总量。以内标法进行校正。

2.2 试剂和材料

- 2.2.1 过氧化氢(分析纯)。
- 2.2.2 硝酸[高纯(MOS)]。
- 2.2.3 硝酸(1+1)(用 MOS 级硝酸配制)。
- **2.2.4** 硫酸铵溶液(20 g/L):称取硫酸铵 20 g 至 500 mL 烧杯中,用 300 mL 水溶解清亮,移人 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 2.2.5 镧标准溶液:称取 0.100 0 g 经 950 ℃灼烧 1 h 的氧化镧[w(REO) > 99.5%, $w(La_2O_3/REO) > 99.99\%$],置于 100 mL 烧杯中,加人 10 mL 硝酸(2.2.3),加 2 mL 过氧化氢(2.2.1),低温加热至溶解完全,取下冷却,溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 000 μ g 氧化镧。
- 2.2.6 铈标准溶液:称取 0.100~0~g 经 950~ ℃灼烧 1~h 的氧化铈[$w(REO)>99.5\%, w(CeO_2/REO)>99.99%]置于 <math>100~m$ L 烧杯中,加 10~mL 硝酸(2.2.3),加 2~mL 过氧化氢(2.2.1),低温加热至溶解完全,取下冷却,溶液移入 100~mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1~mL 含 $1~000~\mu$ g 氧化铈。
- 2.2.7 错标准溶液:称取 0.100 0 g 经 950 ℃灼烧 1 h 的氧化镨[$w(REO)>99.5\%, w(Pr_6O_{11}/REO)>99.99%]置于 <math>100$ mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(2.2.3),低温加热溶解至清,取下冷却,溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 000 μ g 氧化镨。
- **2.2.8** 钕标准溶液:称取 0.100 0 g 经 950 ℃灼烧 1 h 的氧化钕[w(REO)>99.5%, $w(Nd_2O_3/REO)$ > 99.99%]置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(2.2.3),低温加热溶解至清,取下冷却,溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 000 μ g 氧化钕。
- 2.2.9 钐标准溶液:称取 0.100~0~g 经 950~ C 灼烧 1~h 的氧化钐 $[w(REO)>99.5\%, w(Sm_2O_3/REO)>99.99\%]$ 置于 100~mL 烧杯中,加 10~mL 硝酸(2.2.3),低温加热溶解至清,取下冷却,溶液移入 100~mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1~mL 含 $1~000~\mu$ g 氧化钐。