

ICS 77.120.99
H14
备案号: 47799-2016

DB15

内蒙古自治区地方标准

DB 15/ T926 — 2015

电感耦合等离子体发射光谱法测定混合稀土产品中的氧化铝量

Chemical analysis methods of misch rare earth products by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry -Determination of aluminum content

(报批稿)

2015-11-30 发布

2016-02-28 实施

内蒙古自治区质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T1.1-2009给出的规则起草。

本标准由内蒙古稀土标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司、国家稀土产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：贺云芳、张桂梅、周晓东、庞颂东、孙磐、冯中泽、何中、曹俊杰、张玉龙、董三力、杨春红、郝茜、旭仁花、龚建华、肖革。

电感耦合等离子体发射光谱法测定混合稀土产品中的氧化铝量

1 范围

本标准规定了混合稀土产品中氧化铝含量的测定方法。

本标准适用能溶于盐酸、硝酸的混合稀土产品中氧化铝含量的测定。测定范围为：氧化铝0.0020%~0.50%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法。

GB/T 8170 值修约规则与极限数值的表示和判定。

3 方法原理

本文采用盐酸或硝酸溶解样品，草酸分离基体，加热分解过量草酸后，用盐酸提取样品，无须基体匹配，标准曲线法可直接测定稀土产品中的铝量。

4 试剂与材料

使用水符合GB/T 6682中一级水标准。

4.1 过氧化氢（30%），优级纯。

4.2 草酸，优级纯。

4.3 盐酸（ $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ），优级纯。

4.4 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ），优级纯。

4.5 铝为国家标准溶液（1000ug/mL）。

4.6 盐酸（1+1）。

4.7 硝酸（1+3）。

4.8 盐酸（1+19）。

4.9 铝标准溶液配制：移取标准溶液（4.5）10.00mL至100mL容量瓶中，定容摇匀，此标准溶液浓度为100ug/mL。

4.10 移取标准溶液（4.9）10mL至100mL容量瓶中，定容摇匀，此标准溶液浓度为10ug/mL。

4.11 氩气（纯度>99.99%）。

5 仪器

5.1 电感耦合等离子体光谱仪。

5.2 氩等离子体光源。

6 试样

氧化物试样于900℃灼烧1h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

7 分析步骤

7.1 空白试验

随同试料做空白试验。

7.2 分析试液的制备

7.2.1 称取 2.00g 试样于 100mL 烧杯中，加入 6mL 盐酸(4.6)（若铈类产品，称取 1.00g 试样加入 20mL 硝酸(4.7)，2mL~3mL 过氧化氢（4.1），待试样溶清后，转移至 100mL 容量瓶中，用盐酸（4.8）溶液定容摇匀。

7.2.2 根据试样中铝的含量范围，按表 1 分取试液（7.2.1）于 100mL 烧杯中，加入去离子水并调节 PH 值约为 2，控制溶液体积 20 mL~30mL，低温加热至 70℃~80℃后，在剧烈搅拌下加入 2.0g 草酸（4.2）（预先用滤纸片称好），待稀土沉淀完全后，静置数分钟，用中速滤纸过滤，滤液置于预先烘干的 50mL 小烧杯中，加热至草酸烟冒尽，加入 3mL 盐酸（4.6），溶解至清后，用水定容于 25 mL 容量瓶中，待测。

表 1 分取体积范围

含量范围 %	分取体积 mL
0.002~0.010	20
0.010~0.050	5
0.050~0.50	1

7.3 标准溶液的制备

准确移取0.00mL，1.00mL，5.00mL，10.00mL、30.00 mL铝标准溶液（4.9）于5个100 mL容量瓶中，加入盐酸（4.9），稀释至刻度 摇匀。此标准系列溶液铝浓度为：0.00 ug/mL，0.10 ug/mL，0.50 ug/mL，1.00 ug/mL，3.00 ug/mL。

7.4 测定

7.4.1 推荐分析线见表 2。

表 2 推荐分析线

元素	分析线 nm	元素	分析线 nm
----	-----------	----	-----------

Al	396.153	Al	237.373
----	---------	----	---------

7.4.2 将分析试液（7.2）与标准系列溶液（7.3）同时进行氩等离子体光谱测定。

8 分析结果的计算

将标准系列溶液（7.3）的浓度直接输入计算机，由计算机计算并输出空白试验（7.1）溶液、分析试液（7.2）中待测元素的浓度。

按式（1）计算被测稀土元素的质量分数（%），数值修约按 GB/T 8170 规定进行：

$$\omega(X) = \frac{k(c-c_0)V_2 V_0 \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

k ——铝元素单质与其氧化物的换算系数，见表 3。计算氧化物含量时， $k=1$ ；

c ——计算机输出的分析试液（7.2）中待测元素的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

c_0 ——计算机输出的空白试验（7.1）溶液中待测元素的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V_2 ——分析试液（7.2）的体积，单位为毫升（ mL ）；

V_0 ——试液总体积，单位为毫升（ mL ）；

m ——试料的质量，单位为克（ g ）；

V_1 ——分取试液的体积，单位为毫升（ mL ）。

表 3 单质与其氧化物的换算系数

元素	k
Al	0.5294

9 精密度

9.1 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 重复性

氧化物	质量分数 %	重复性限（ r ） %
氧化铝	0.0024	0.0003
	0.021	0.003
	0.18	0.020

9.1.1 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 允许差范围

氧化物	质量分数 %	允许差 %
氧化铝	0.0020~0.0040	0.0006
	>0.0040~0.0080	0.0018
	>0.0080~0.020	0.0050
	>0.020~0.10	0.010
	>0.10~0.50	0.05

10 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。