



中华人民共和国稀土行业标准

XB/T 612.2—2009

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

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

前 言

XB/T 612《钹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。

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

1 范围

XB/T 612 的本部分规定了钕铁硼废料中十五个稀土元素氧化物配分量的测定方法。
本部分适用于钕铁硼废料中十五个稀土元素氧化物配分量的测定。测定范围见表 1。

表 1

稀土氧化物	稀土氧化物配分量测定范围/%
Y_2O_3 、 La_2O_3 、 CeO_2 、 Sm_2O_3 、 Tb_4O_7	0.10~10.00
Pr_6O_{11}	0.10~35.00
Nd_2O_3	0.10~98.00
Eu_2O_3 、 Er_2O_3 、 Tm_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Lu_2O_3	0.10~2.00
Gd_2O_3	0.10~20.00
Dy_2O_3	0.10~30.00
Ho_2O_3	0.10~5.00

2 方法原理

试样经王水分解，在王水介质中，直接以氩等离子体光源激发，进行光谱测定。

3 试剂和材料

- 3.1 盐酸(1+1)。
- 3.2 硝酸(1+1)。
- 3.3 过氧化氢(30%)。
- 3.4 氧化钇(REO>99.5%， Y_2O_3 /REO>99.99%)。
- 3.5 氧化镧(REO>99.5%， La_2O_3 /REO>99.99%)。
- 3.6 氧化铈(REO>99.5%， CeO_2 /REO>99.99%)。
- 3.7 氧化镨(REO>99.5%， Pr_6O_{11} /REO>99.99%)。
- 3.8 氧化钕(REO>99.5%， Nd_2O_3 /REO>99.99%)。
- 3.9 氧化钐(REO>99.5%， Sm_2O_3 /REO>99.99%)。
- 3.10 氧化铕(REO>99.5%， Eu_2O_3 /REO>99.99%)。
- 3.11 氧化钆(REO>99.5%， Gd_2O_3 /REO>99.99%)。
- 3.12 氧化铽(REO>99.5%， Tb_4O_7 /REO>99.99%)。
- 3.13 氧化镝(REO>99.5%， Dy_2O_3 /REO>99.99%)。
- 3.14 氧化铥(REO>99.5%， Ho_2O_3 /REO>99.99%)。
- 3.15 氧化镱(REO>99.5%， Er_2O_3 /REO>99.99%)。

3.16 氧化铪($\text{REO} > 99.5\%$, $\text{Tm}_2\text{O}_3/\text{REO} > 99.99\%$)。

3.17 氧化镱($\text{REO} > 99.5\%$, $\text{Yb}_2\text{O}_3/\text{REO} > 99.99\%$)。

3.18 氧化镨($\text{REO} > 99.5\%$, $\text{Lu}_2\text{O}_3/\text{REO} > 99.99\%$)。

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 1 h)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_2O_3	La_2O_3	CeO_2	Pr_6O_{11}	Nd_2O_3	Sm_2O_3	Eu_2O_3	Gd_2O_3	Tb_4O_7	Dy_2O_3	Ho_2O_3	Er_2O_3	Tm_2O_3	Yb_2O_3	Lu_2O_3	RE_2O_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、混匀后立即称量。

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,烧尽试料表面油分及水分,冷却,立即研磨均匀。

6 分析步骤

6.1 试料

根据钹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。

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：

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

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。

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

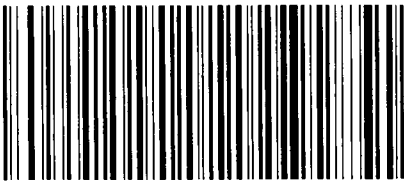
实验室间分析结果的差值应不大于表 6 所列的允许差：

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