



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

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 铈、氧 化 镨、
氧 化 钪 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.gb168.cn

服 务 热 线：010-68522006

2011 年 7 月 第 一 版

*

书 号：155066·1-42505

版 权 专 有 侵 权 必 究

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、氧化镨、氧化钽量的测定 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 氧化钽量的测定》、GB/T 18114.5—2000《独居石精矿化学分析方法 氧化镨量的测定》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钽、EDTA 滴定法测定镨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。

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

1 范围

GB/T 18114 的本部分规定了稀土精矿中氧化铌量、氧化锆量、氧化钛量的测定方法。

本部分适用于稀土精矿中氧化铌量、氧化锆量、氧化钛量的测定。测定范围: Nb_2O_5 : 0.070%~0.20%; ZrO_2 : 1.00%~5.00%; TiO_2 : 0.10%~4.00%。

2 原理

试料经氢氧化钠,过氧化钠熔融分解,采用电感耦合等离子体发射光谱仪,在氢氟酸介质中标准加入法测定低含量氧化钛、氧化铌量,在盐酸介质中标准曲线法测定高含量氧化钛、氧化锆量。

3 试剂和材料

3.1 氢氧化钠。

3.2 过氧化钠。

3.3 焦硫酸钾。

3.4 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.5 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.6 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.7 氢氧化钠洗液 20 g/L。

3.8 二氧化钛标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 预先在 850 °C 灼烧 0.5 h 并在干燥器中冷却至室温的二氧化钛(纯度>99.99%)于铂金坩埚中,加 4 g 焦硫酸钾(3.3),于低温电炉上加热除去水分,于 750 °C 马弗炉中熔融 10 min,稍冷。用 50 mL 水及 5 mL 硫酸(3.4)提取,加热至熔块溶解,溶液清亮。稍冷,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 500 μg 二氧化钛。

3.9 二氧化钛标准溶液:分取 10.00 mL 二氧化钛标准贮存溶液(3.8)于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(3.5),用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 50 μg 二氧化钛。

3.10 二氧化锆标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 预先在 850 °C 灼烧 0.5 h 并在干燥器中冷却至室温的二氧化锆(纯度>99.99%)于铂金坩埚中,加 4 g 焦硫酸钾(3.3),于低温电炉上加热除去水分,于 750 °C 马弗炉中熔融 10 min,稍冷。用 50 mL 水及 5 mL 硫酸(3.4)提取,加热至熔块溶解,溶液清亮。稍冷,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 500 μg 二氧化锆。

3.11 二氧化锆标准溶液:分取 10.00 mL 二氧化锆标准贮存溶液(3.10)于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(3.5),用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 50 μg 二氧化锆。

3.12 五氧化二铌标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 预先在 850 °C 灼烧 0.5 h 并在干燥器中冷却至室温的五氧化二铌(纯度>99.99%)于铂金坩埚中,加 4 g 焦硫酸钾(3.3),于低温电炉上加热除去水分,于 750 °C 马弗炉中熔融 10 min,稍冷。用 50 mL 水及 10 mL 氢氟酸(3.6)在聚四氟乙烯烧杯中提取,加热至熔块溶解,溶液清亮。稍冷,移入 100 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 000 μg 五氧化二铌。