



中华人民共和国国家标准

GB/T 18114.2—2010
代替 GB/T 18114.2—2000

稀土精矿化学分析方法 第 2 部分：氧化钍量的测定

Chemical analysis methods of rare earth concentrates—
Part 2: Determination of oxide thorium content

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

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 2 部分。

本部分是对 GB/T 18114.2—2000《独居石精矿化学分析方法 氧化钪量的测定》的修订。

本部分与 GB/T 18114.2—2000 相比，主要变化如下：

- 将测定方法由重量法调整为等离子发射光谱法与等离子质谱法；
- 将测定范围由 2.00%~7.00% 调整为 0.002 0%~8.00%。

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。

本部分方法 1 由赣州有色冶金研究所起草。

本部分方法 1 由包头稀土研究院、内蒙古包钢稀土(集团)高科技股份有限公司参加起草。

本部分方法 1 主要起草人：潘建忠、钟道国、刘柏禄。

本部分方法 1 参加起草人：杜梅、张立锋、曹俊杰、姚媛芳、杨春红。

本部分方法 2 由赣州有色冶金研究所起草。

本部分方法 2 由包头稀土研究院、湖南稀土金属材料研究院参加起草。

本部分方法 2 主要起草人：刘鸿、黎英、王林生。

本部分方法 2 参加起草人：刘晓杰、李玉梅、刘荣丽、成国庆。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 18114.2—2000。

稀土精矿化学分析方法

第2部分:氧化钍量的测定

1 范围

GB/T 18114 的本部分规定了稀土精矿中氧化钍量的测定方法。

本部分适用于稀土精矿中氧化钍含量的测定。方法1测定范围:0.002 0%~0.30%;方法2测定范围:>0.30%~8.00%。

方法1 电感耦合等离子体质谱法

2 方法原理

试料用氢氧化钠-过氧化钠熔融分解,分离硅、铝、钠盐,用硝酸和高氯酸破坏滤纸和溶解沉淀,在稀酸介质中,以氦等离子体为离子化源,直接进行等离子体质谱测定,以内标法进行校正。

3 试剂和材料

3.1 氢氧化钠。

3.2 过氧化钠。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.4 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 氢氧化钠洗液(20 g/L)。

3.7 硝酸(1+199)。

3.8 氧化钍标准贮存溶液:准确称取 0.100 0 g 二氧化钍($w(\text{ThO}_2) \geq 99.95\%$,已在 110 °C 烘干)于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL)和 0.5 mL 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL),加热溶解,加入 2 mL 高氯酸(3.4)蒸发至冒白烟直至湿盐状,冷却,用 5 mL 盐酸(3.5)溶解并用盐酸(1+9)定容于 100 mL 容量瓶中,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 二氧化钍。

3.9 氧化钍标准溶液:准确移取 1.00 mL 氧化钍标准贮存溶液(3.8),于 1 000 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硝酸(1+1),用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 μ g 氧化钍。

3.10 钢标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 金属钢($w(\text{In}) \geq 99.9\%$)于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(3.5),置于水浴上加热溶解,冷却,定容于 1 000 mL 容量瓶中,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 钢。

3.11 钢内标溶液:移取 1.00 mL 钢标准贮存溶液(3.10)于 1 000 mL 容量瓶中,加入 100 mL 硝酸(3.3),用水稀释到刻度,混匀,此溶液 1 mL 含钢 1 μ g。

3.12 氦气:[$w(\text{Ar}) \geq 99.99\%$]。

4 仪器

电感耦合等离子体质谱仪:质量分辨率优于(0.8±0.1)amu。