



中华人民共和国国家标准

GB/T 17417.2—2010
代替 GB/T 17417.2—1998

稀土矿石化学分析方法 第2部分：钪量测定

Method for chemical analysis of rare earth ores—
Part 2: Determination of scandium content

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 17417《稀土矿石化学分析方法》分为两部分：

——第1部分：稀土分量测定；

——第2部分：钪量测定。

本部分为 GB/T 17417 的第2部分。

本部分代替 GB/T 17417.2—1998《电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钪量》。

本部分与 GB/T 17417.2—1998 相比，主要变化如下：

——修改了标准的中文名称；

——修改了标准的英文名称；

——增加了警示、警告的内容；

——增加了对所用试剂纯度及实验用水的要求；

——增加了对试样粒径及其干燥的要求；

——增加了验证试验内容。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：湖北省地质实验研究所。

本部分主要起草人：赵志飞、方金东、唐兴敏。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 17417.2—1998。

稀土矿石化学分析方法

第2部分：钪量测定

警示：使用本部分的人员应该有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 17417 的本部分规定了稀土矿石中钪量的测定方法。

本部分适用于稀土矿石，也适用于铍矿石、锂、铷、铯矿石、锆矿石和岩石中钪量的测定，结果以三氧化二钪表示。

测定范围为： $0.2\ \mu\text{g/g}$ ～ $500\ \mu\text{g/g}$ 的三氧化二钪。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 17417 本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试料经过氧化钠熔融后，用水提取，澄清后过滤，沉淀用盐酸溶解，定容后的溶液用电感耦合等离子体发射光谱仪测定钪量。

4 试剂

除非另有说明，在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

4.1 过氧化钠。

4.2 氢氧化钠洗液（ $20\ \text{g/L}$ ）。

4.3 盐酸（ $\rho 1.19\ \text{g/mL}$ ）。

4.4 盐酸（1+1）。

4.5 盐酸（1+49）。

4.6 钪标准溶液：

- 钪标准溶液：称取 $50.0\ \text{mg}$ 三氧化二钪（质量分数 $\geq 99.99\%$ ）于 $100\ \text{mL}$ 烧杯中，加入 $10\ \text{mL}$ 盐酸（4.3），加热溶解，冷却后移入 $250\ \text{mL}$ 容量瓶中，补加 $20\ \text{mL}$ 盐酸（4.3），冷至室温。用水稀释至刻度，摇匀。此溶液三氧化二钪的质量浓度为 $200.00\ \mu\text{g/mL}$ ；
- 钪校准溶液 I：吸取 $25.00\ \text{mL}$ 钪标准溶液 [4.6a)]，置于 $250\ \text{mL}$ 容量瓶中，用盐酸（1+9）稀释至刻度，摇匀。此溶液三氧化二钪的质量浓度为 $20.00\ \mu\text{g/mL}$ ；
- 钪校准溶液 II：吸取 $25.00\ \text{mL}$ 钪校准溶液 I [4.6b)]，置于 $250\ \text{mL}$ 容量瓶中，用盐酸（1+9）稀释至刻度，摇匀。此溶液三氧化二钪的质量浓度为 $2.00\ \mu\text{g/mL}$ 。

5 仪器

5.1 顺序扫描型电感耦合等离子体发射光谱仪，带液体进样雾化装置，计算机控制及数据处理系统。

5.2 凡达到表 1 所列指标的电感耦合等离子体发射光谱仪在仪器最佳工作条件下均可选用。

表 1 仪器指标

波长扫描范围	160 nm~540 nm
光电倍增管波长范围	180 nm~540 nm
一级色散率倒数	<0.3 nm/mm
实际分辨率	<11 pm

仪器参考测量条件如下：

- 正向功率：0.9 kW；
- 反向功率：<3 W；
- 雾化器压力：26 Pa；
- 雾化器流量：0.48 L/min；
- 冷却气流量：12 L/min；
- 溶液提升量：1.2 mL/min；
- 观察高度：铜管线圈上方 17 mm。



5.3 分析天平：三级，感量 0.1 mg。

6 试样

- 6.1 试样粒径应小于 74 μm。
- 6.2 试样在 105 °C 烘箱中烘 2 h~4 h，并置于干燥器中冷却至室温备用。

7 分析步骤

7.1 试料

根据试料中三氧化二钨的含量按表 2 称取试料，精确至 0.1 mg。

表 2 称取试料量

三氧化二钨含量/(μg/g)	试料量/g
<100	1.0
>100	0.1

7.2 空白试验

随同试料进行 2 份以上空白试验，所用试剂应取自同一试剂瓶，加入同等的量。

7.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

7.4 试料分解

- 7.4.1 将试料(7.1)置于 10 mL 刚玉坩埚中，加入 3 g~5 g 过氧化钠(4.1)，搅匀，再覆盖 1 g 过氧化钠(4.1)，置于已升温至 680 °C~700 °C 高温炉中，并在此温度下保持 3 min~5 min，使熔融物成为流体，取出冷却后，置于已盛有 60 mL 水的 250 mL 烧杯中，加热使融块脱落，煮沸 5 min~10 min 使熔块溶解，取下洗出坩埚，用水稀释至 200 mL 左右，澄清。
- 7.4.2 用定性滤纸过滤烧杯溶液中的沉淀(7.4.1)，用氢氧化钠洗液(4.2)洗烧杯及沉淀 8 次~10 次，滤液弃去。沉淀用 10 mL 热盐酸(4.4)溶解于原烧杯中，再通过滤斗用 50 mL 容量瓶承接，用热盐酸(4.5)洗漏斗 8 次~10 次，用水稀释至刻度，摇匀。

注：溶液制好后，不宜久放，防止硅酸析出，影响结果。

7.5 测定

7.5.1 校准曲线的绘制：按所列仪器工作条件调好仪器，选用 361.384 nm 波长，用两份校准溶液

[4.6b)]和[4.6c)]绘制三氧化二钪的校准曲线。

7.5.2 相同条件下分别对空白溶液(7.1)和试料溶液(7.3.2)进行测量,由测量程序记录或打印出读数和浓度。

8 结果计算

三氧化二钪量以质量分数 $w(\text{Sc}_2\text{O}_3)$ 计,数值以微克每克($\mu\text{g/g}$)表示,按式(1)计算:

$$w(\text{Sc}_2\text{O}_3) = \frac{(\rho_1 - \rho_0)V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_1 ——校准曲线上查得试料溶液中三氧化二钪的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——校准曲线上查得空白溶液中三氧化二钪的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试料溶液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料质量,单位为克(g)。



9 精密度

稀土矿石中钪量测定结果精密度见表 3。

表 3 精密度

水平范围 $m/(\mu\text{g/g})$	重复性限 $r/(\mu\text{g/g})$	再现性限 $R/(\mu\text{g/g})$
6.1~13.5	$r = -0.588\ 0 + 0.139m$	$R = -1.190 + 0.280m$
注:本精密度数据由 5 个实验室对 6 个水平的试样所作的试验中确定的。		

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

稀土矿石化学分析方法
第 2 部分：钪量测定

GB/T 17417.2—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.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号：155066·1-41068

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 17417.2—2010