



中华人民共和国国家标准

GB/T 18115.12—2006

代替 GB/T 8762.5—1988、GB/T 16480.1—1996

稀土金属及其氧化物中稀土杂质

化学分析方法

免费标准网(www.freebz.net)

钇中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镱、 铥、镱、铪、铌和钽量的测定

Chemical analysis methods of rare earth impurities
in rare earth metals and their oxides

Yttrium—Determination of lanthanum, cerium, praseodymium, neodymium,
samarium, europium, gadolinium, terbium, dysprosium, holmium, erbium,
thulium, ytterbium and lutetium contents

2006-04-13 发布

2006-10-01 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

本部分代替 GB/T 8762.5—1988《荧光级氧化钇中微量稀土氧化物测定 化学光谱和直接光谱法》、GB/T 16480.1—1996《金属钇及氧化钇化学分析方法 氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化钐、氧化铈、氧化钐、氧化铈、氧化铈、氧化钐、氧化铈、氧化钐、氧化铈和氧化镨量的测定》，本部分与前一版本相比主要变化如下：

- 电感耦合等离子光谱法，增加了 Ho345.600 nm 参考谱线；
- 增加了精密度(重复性)条款；
- 废除了原化学光谱和直接光谱法；
- 增加了电感耦合等离子质谱法。

两个方法的分析范围出现重叠时，以方法 2 作为仲裁方法。

本部分由国家发展和改革委员会稀土办公室提出。

本部分由全国稀土标准化技术委员会归口并负责解释。

本部分由北京有色金属研究总院、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 由上海跃龙新材料股份有限公司起草。

本部分方法 2 由江阴加华新材料资源有限公司、上海有色金属冶炼厂联合起草。

免费标准网(www.freebz.net)

本部分方法 1 主要验证人：王寿虹、李小军、宋金华、王丽霞。

本部分方法 2 由江阴加华新材料资源有限公司起草。

本部分方法 2 由北京有色金属研究总院、西北有色地质研究院参加起草。

本部分方法 2 主要起草人：张恣、王寿虹。

本部分方法 2 主要验证人：胡小蒙、伍星、冯玉怀、杨宏斌、李中玺。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 8762.5—1988；

——GB/T 16480.1—1996。

稀土金属及其氧化物中稀土杂质 化学分析方法

钇中镧、铈、镨、钆、铽、铈、钫、钷、铈、 钷、铈、铈、铈和铈量的测定

电感耦合等离子体光谱法(方法 1)

1 范围

本方法规定了氧化钇中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化铽、氧化铈、氧化钫、氧化钷、氧化铈、氧化钷、氧化铈、氧化铈和氧化铈含量的测定方法。

本方法适用于氧化钇中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化铽、氧化铈、氧化钫、氧化钷、氧化铈、氧化钷、氧化铈、氧化铈和氧化铈含量的测定。测定范围见表 1。

本方法也适用于金属钇中镧、铈、镨、钆、铽、铈、钫、钷、铈、铈、铈、铈含量的测定。

表 1

免费标准网(www.freebz.net)			
氧化镧	0.000 2~0.050	氧化铈	0.000 3~0.050
氧化铈	0.000 3~0.050	氧化钷	0.000 2~0.050
氧化镨	0.000 3~0.050	氧化铈	0.000 3~0.050
氧化钆	0.000 3~0.050	氧化铈	0.000 2~0.050
氧化铽	0.000 3~0.050	氧化铈	0.000 2~0.050
氧化铈	0.000 2~0.050	氧化铈	0.000 2~0.050
氧化钫	0.000 2~0.050	氧化铈	0.000 2~0.050

2 方法原理

试样以盐酸溶解,在稀盐酸介质中,直接以氩等离子体光源激发,进行光谱测定,以基体匹配法校正基体对测定的影响。

3 试剂与材料

3.1 过氧化氢(30%)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 盐酸(1+19)。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 氩气(>99.99%)。

3.6 氧化钇基体溶液:称取 25.000 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化钇(>99.999%),置于 250 mL 烧杯中,加 70 mL 盐酸(3.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 mg 氧化钇。

3.7 氧化镧标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化镧(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混

匀。此溶液1 mL含1 mg 氧化镧。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg和1 mL含10 μg氧化镧的标准溶液。

3.8 氧化铈标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900℃灼烧1 h的氧化铈(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(3.4),低温加热,并滴加过氧化氢(3.1)至溶解完全,冷却至室温,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 氧化铈。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg和1 mL含10 μg氧化铈的标准溶液。

3.9 氧化镨标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900℃灼烧1 h的氧化镨(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL盐酸(3.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 氧化镨。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg和1 mL含10 μg氧化镨的标准溶液。

3.10 氧化钕标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900℃灼烧1 h的氧化钕(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL盐酸(3.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 氧化钕。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg和1 mL含10 μg氧化钕的标准溶液。

3.11 氧化钐标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900℃灼烧1 h的氧化钐(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL盐酸(3.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 氧化钐。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg和1 mL含10 μg氧化钐的标准溶液。

中,加10 mL盐酸(3.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 氧化铀。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg和1 mL含10 μg氧化铀的标准溶液。

免费标准网(www.freebz.net)

3.13 氧化钷标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900℃灼烧1 h的氧化钷(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL盐酸(3.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 氧化钷。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg和1 mL含10 μg氧化钷的标准溶液。

3.14 氧化铽标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900℃灼烧1 h的氧化铽(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(3.4),低温加热至溶解完全,冷却至室温,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 氧化铽。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg和1 mL含10 μg氧化铽的标准溶液。

3.15 氧化镉标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900℃灼烧1 h的氧化镉(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL盐酸(3.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 氧化镉。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg和1 mL含10 μg氧化镉的标准溶液。

3.16 氧化铟标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900℃灼烧1 h的氧化铟(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL盐酸(3.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 氧化铟。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg和1 mL含10 μg氧化铟的标准溶液。

3.17 氧化铊标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900℃灼烧1 h的氧化铊(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL盐酸(3.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 氧化铊。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg和1 mL含10 μg氧化铊的标准溶液。

3.18 氧化铋标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900℃灼烧1 h的氧化铋(>99.99%),置于100 mL烧杯

中,加10 mL盐酸(3.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 氧化铊。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg 和1 mL含10 μg 氧化铊的标准溶液。

3.19 氧化镱标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化镱(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL盐酸(3.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 氧化镱。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg 和1 mL含10 μg 氧化镱的标准溶液。

3.20 氧化镨标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化镨(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL盐酸(3.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液1 mL含1 mg 氧化镨。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg 和1 mL含10 μg 氧化镨的标准溶液。

4 仪器与设备

4.1 电感耦合等离子体光谱仪,分辨率<0.006 nm(200 nm处)。

4.2 氩等离子体光源。

5 试样

5.1 氧化物试样于900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h,置于干燥器中,冷却至室温,立即称量。

免费标准网(www.freebz.net)

6 分析步骤

6.1 试料

6.1.1 氧化物试料

称取0.500 g试样(5.1),精确至0.000 1 g。

6.1.2 金属试料

称取0.394 g试样(5.2),精确至0.000 1 g。

6.2 测定次数

称取二份试料,进行平行测定,取其平均值。

6.3 分析试液的配制

将试料(6.1)置于100 mL烧杯中,加入10 mL水,加10 mL盐酸(3.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温,移入50 mL容量瓶中用水稀释至刻度,混匀,待用。

6.4 标准系列溶液的配制

将氧化钇基体溶液(3.6)和各稀土氧化物标准溶液(3.7~3.20)按表2分别移入5个100 mL容量瓶中,加入10 mL盐酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀,制得标准系列溶液,待用。

表 2

标液 标号	各稀土(以氧化物计)质量浓度/ $\mu\text{g}/\text{mL}$							
	氧化钇	氧化镧	氧化铈	氧化镨	氧化钆	氧化钕	氧化铈	氧化钇
1	10 000	0	0	0	0	0	0	0
2	10 000	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
3	10 000	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
4	10 000	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
5	10 000	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00

表 2(续)

标液 标号	各稀土(以氧化物计)质量浓度/μg/mL						
	氧化铈	氧化镨	氧化钬	氧化铈	氧化铈	氧化铈	氧化镧
1	0	0	0	0	0	0	0
2	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
3	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
4	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
5	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00

6.5 测定

6.5.1 推荐分析线见表 3。

表 3

元 素	分析线/nm	元 素	分析线/nm
La	408.671	Tb	350.917
Ce	418.660	Dy	353.170
Pr	422.533	Ho	345.600, 339.898
Nd	401.225	Er	337.271
Sm	428.078	Tm	313.126
Gd	342.246	Lu	261.542

免费标准网(www.freebz.net)

6.5.2 将分析试液(6.3)与标准系列溶液(6.4)同时进行氬等离子体光谱测定。

7 分析结果的表述

将标准系列溶液(6.4)的含量直接输入计算机,根据标准系列溶液(6.4)和分析试液(6.3)的强度值,由计算机计算、校正并输出分析试液(6.3)中待测稀土元素的质量浓度。

按式(1)计算待测稀土元素的质量分数(%):

$$w(X) = \frac{k \cdot c \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

k——各元素单质与其氧化物的换算系数,见表 4。计算氧化物含量时,*k*=1;

c——自工作曲线上查得被测稀土氧化物的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

*V*₀——试液总体积,单位为毫升(mL);

*m*₀——试料的质量,单位为克(g)。

表 4

元 素	<i>k</i>	元 素	<i>k</i>
La	0.582 6	Tb	0.850 2
Ce	0.814 0	Dy	0.871 3
Pr	0.827 7	Ho	0.873 0
Nd	0.857 3	Er	0.874 5
Sm	0.862 4	Tm	0.875 6
Eu	0.863 6	Yb	0.878 2
Gd	0.867 6	Lu	0.789 4

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的范围内,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

氧化物	质量分数/%	重复性限(r)/%	氧化物	质量分数/%	重复性限(r)/%
氧化铜	0.000 22	0.000 10	氧化铀	0.000 25	0.000 10
	0.005 1	0.000 8		0.0109	0.001 5
	0.041	0.002		0.096	0.006
氧化铈	0.000 19	0.000 10	氧化钨	0.000 20	0.000 10
	0.0106	0.001 5		0.0108	0.001 5
	0.097	0.005		0.097	0.005
氧化镨	0.000 25	0.000 10	氧化钽	0.000 24	0.000 10
	0.008 6	0.001 0		0.005 5	0.001 0
氧化钕	0.076	0.004	0.049	0.003	
	0.000 27	0.000 10	氧化铪	0.000 24	0.000 10
0.005 4	0.001 0	0.005 4		0.001 0	
0.052	0.004	0.048		0.003	
氧化钆	0.000 25	0.000 10	氧化铪	0.000 21	0.000 10
	0.005 4	0.000 8		0.005 3	0.000 8
	0.048	0.004		0.049	0.003
氧化铈	0.000 26	0.000 10	氧化铈	0.000 21	0.000 10
	0.007 5	0.000 8		0.005 3	0.000 8
	0.050	0.003		0.047	0.003
氧化钇	0.000 26	0.000 10	氧化镨	0.000 20	0.000 10
	0.005 5	0.001 0		0.005 3	0.000 8
	0.048	0.004		0.047	0.003

注:重复性限(r)为 $2.8 \times S_r$, S_r 为重复性标准差。

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表6所列的允许差。

表 6

氧化物	质量分数/%	允许差/%	氧化物	质量分数/%	允许差/%
氧化镧	0.000 2~0.000 5	0.000 1	氧化铈	0.000 3~0.000 5	0.000 1
氧化铈	>0.000 5~0.001 0	0.000 2	氧化镨	>0.000 5~0.001 0	0.000 2
氧化钐	>0.001 0~0.003 0	0.000 4	氧化钕	>0.001 0~0.003 0	0.000 5
氧化铈	>0.003 0~0.005 0	0.001 0	氧化钇	>0.003 0~0.005 0	0.001 2
氧化钇	>0.005 0~0.010 0	0.001 5	氧化钆	>0.005 0~0.010 0	0.002 0
氧化铕	>0.010 0~0.030	0.002	氧化铽	>0.010 0~0.030	0.003
氧化铈	>0.030~0.050	0.005	氧化镱	>0.030~0.050	0.006

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。

电感耦合等离子体质谱法(方法 2)

免费标准网(www.freebz.net)

本方法规定了氧化钇中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化钐、氧化铈、氧化钐、氧化钇、氧化铕、氧化铈、氧化铕、氧化铈和氧化镨含量的测定方法。

本方法适用于氧化钇中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化钐、氧化铈、氧化钐、氧化钇、氧化铕、氧化铈、氧化铕、氧化铈和氧化镨含量的测定。测定范围见表 7。

本方法也适用于金属钇中镧、铈、镨、钕、钐、铈、钐、钇、铕、铈、铕、铈和镨含量的测定。

表 7

氧化物	质量分数/%	氧化物	质量分数/%
氧化镧	0.000 1~0.010	氧化铈	0.000 05~0.010
氧化铈	0.000 05~0.010	氧化钐	0.000 05~0.010
氧化镨	0.000 05~0.010	氧化钕	0.000 05~0.010
氧化钐	0.000 1~0.010	氧化钇	0.000 05~0.010
氧化铈	0.000 1~0.010	氧化铕	0.000 05~0.010
氧化钐	0.000 05~0.010	氧化铽	0.000 05~0.010
氧化钇	0.000 1~0.010	氧化镱	0.000 05~0.010

11 方法原理

试样以硝酸溶解,在稀硝酸介质中,以氦等离子体为离子化源,直接进行质谱测定。测定时以内标法进行校正。

12 试剂和材料

12.1 过氧化氢(30%)。

12.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

12.3 硝酸(1+1)。

12.4 硝酸(1+19)。

12.5 铯内标溶液:称取0.1270 g氯化铯(优级纯),加10 mL水,溶解完全,加10 mL硝酸(12.3),移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液1 mL含1 mg铯。再将此溶液用硝酸(12.4)逐步稀释成1 mL含1 μg铯的内标溶液。

12.6 氧化镧标准贮存溶液:称取0.1000 g经900℃灼烧1 h的氧化镧(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(12.3),低温加热至溶解完全,取下冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液1 mL含1 000 μg氧化镧。

12.7 氧化铈标准贮存溶液:称取0.1000 g经900℃灼烧1 h的氧化铈(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(12.3),2 mL过氧化氢(12.1),低温加热至溶解完全,取下冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000 μg氧化铈。

12.8 氧化镨标准贮存溶液:称取0.1000 g经900℃灼烧1 h的氧化镨(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(12.3),低温加热至溶解完全,取下冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液1 mL含1 000 μg氧化镨。

12.9 氧化钕标准贮存溶液:称取0.1000 g经900℃灼烧1 h的氧化钕(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(12.3),低温加热至溶解完全,取下冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液1 mL含1 000 μg氧化钕。

杯中,加10 mL硝酸(12.3),低温加热至溶解完全,取下冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液1 mL含1 000 μg氧化钆。
免费标准网(www.freebz.net)

12.11 氧化铕标准贮存溶液:称取0.1000 g经900℃灼烧1 h的氧化铕(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(12.3),低温加热至溶解完全,取下冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000 μg氧化铕。

12.12 氧化钐标准贮存溶液:称取0.1000 g经900℃灼烧1 h的氧化钐(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(12.3),低温加热至溶解完全,取下冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000 μg氧化钐。

12.13 氧化铽标准贮存溶液:称取0.1000 g经900℃灼烧1 h的氧化铽(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(12.3),低温加热至溶解完全,取下冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000 μg氧化铽。

12.14 氧化镱标准贮存溶液:称取0.1000 g经900℃灼烧1 h的氧化镱(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(12.3),低温加热至溶解完全,取下冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000 μg氧化镱。

12.15 氧化镱标准贮存溶液:称取0.1000 g经900℃灼烧1 h的氧化镱(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(12.3),低温加热至溶解完全,取下冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000 μg氧化镱。

12.16 氧化铟标准贮存溶液:称取0.1000 g经900℃灼烧1 h的氧化铟(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(12.3),低温加热至溶解完全,取下冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000 μg氧化铟。

12.17 氧化铊标准贮存溶液:称取0.1000 g经900℃灼烧1 h的氧化铊(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(12.3),低温加热至溶解完全,取下冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000 μg氧化铊。

12.18 氧化镱标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900℃灼烧1 h的氧化镱(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(12.3),低温加热至溶解完全,取下冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000 μg氧化镱。

12.19 氧化镨标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900℃灼烧1 h的氧化镨(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(12.3),低温加热至溶解完全,取下冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000 μg氧化镨。

12.20 混合稀土标准溶液:分别移取2.00 mL各稀土氧化物标准贮存溶液(12.6~12.19)置于100 mL容量瓶中,加10 mL硝酸(12.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含各单一稀土氧化物分别为20.0 μg。再将此溶液用硝酸(12.4)稀释成1 mL含各单一稀土氧化物分别为1.00 μg的标准溶液。

12.21 氩气(>99.99%)。

13 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。

14 试样

14.1 氧化物试样于900℃灼烧1 h,置于干燥器中,冷却至室温,立即称量。

14.2 金属试样去掉表面氧化层,取样后,立即称量。

免费标准网(www.freebz.net)

15.1 试料

按表8称取试样(14),精确至0.000 1 g。

表 8

稀土杂质(质量分数)/%	试样量/g
0.000 1~0.005 0	0.300
> 0.005 0~0.010	0.200

15.2 测定次数

称取二份试料,进行平行测定,取其平均值。

15.3 空白试验

随同试料做空白试验。

15.4 分析试液的制备

将试料(15.1)置于50 mL烧杯中,加入5 mL水、5 mL硝酸(12.3),低温加热至溶解完全,蒸至近干,取下,冷却后,用硝酸(12.4)将其移入100 mL容量瓶中并稀释至刻度,混匀。从中分取5.00 mL溶液于50 mL容量瓶中,加入0.50 mL铈内标溶液(12.5),用水稀释至刻度,混匀。

15.5 标准系列溶液的配制

准确移取0 mL、0.20 mL、1.00 mL、3.00 mL混合稀土标准溶液(12.20)于4个100 mL容量瓶中,加入1.00 mL铈内标溶液(12.5),加入2 mL硝酸(12.3),以水稀释至刻度,混匀,待测。此标准系列溶液1 mL含各单一稀土氧化物分别为0 ng、2.0 ng、10.0 ng、30.0 ng。

15.6 测定

15.6.1 测量元素同位素质量数见表9。

表 9

元素	测定同位素的质量数	元素	测定同位素的质量数
La	139	Dy	163,164
Ce	140,142	Ho	165
Pr	141	Er	166,167
Nd	146,142	Tm	169
Sm	147,152	Yb	172,174
Eu	151,153	Lu	175
Gd	157,158	Cs	133
Tb	159	—	--

15.6.2 将空白试验(15.3)溶液、分析试液(15.4)与标准系列溶液(15.5)同时进行氬等离子体质谱测定。

16 分析结果的计算

将标准系列溶液(15.5)的浓度直接输入计算机,用内标校正法校正,由计算机计算并输出空白试验(15.3)溶液、分析试液(15.4)中待测元素的质量浓度。

按式(2)计算待测稀土元素的质量分数(%):

$$m \cdot V_1$$

免费标准网(www.freebz.net)

式中:

k ——各元素单质与其氧化物的换算系数,见表4。计算氧化物含量时, $k=1$;

c ——计算机输出的分析试液(15.4)中待测元素的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

c_0 ——计算机输出的空白试验(15.3)溶液中待测元素的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V_2 ——分析试液(15.4)的体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——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)。

17 精密度

17.1 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10数据采用线性内插法求得。

表 10

氧化物	质量分数/%	重复性限(r)/%	氧化物	质量分数/%	重复性限(r)/%
氧化镧	0.000 25	0.000 10	氧化铈	0.000 25	0.000 10
	0.000 6	0.000 2		0.000 55	0.000 2
	0.002 4	0.000 3		0.002 1	0.000 3
	0.009 5	0.001 3		0.009 4	0.001 2

表 10(续)

氧化物	质量分数/%	重复性限(r)/%	氧化物	质量分数/%	重复性限(r)/%
氧化铈	0.000 25	0.000 10	氧化镨	0.000 25	0.000 10
	0.000 55	0.000 2		0.000 6	0.000 2
	0.002 0	0.000 3		0.002 1	0.000 3
	0.009 2	0.001 2		0.009 5	0.001 2
氧化镨	0.000 2	0.000 1	氧化钽	0.000 25	0.000 10
	0.000 55	0.000 2		0.000 6	0.000 2
	0.002 0	0.000 3		0.002 2	0.000 3
	0.009 3	0.001 2		0.009 5	0.001 1
氧化钆	0.000 25	0.000 10	氧化铪	0.000 25	0.000 10
	0.000 55	0.000 2		0.000 6	0.000 2
	0.002 0	0.000 3		0.002 2	0.000 3
氧化钇	0.000 25	0.000 10	氧化铈	0.000 2	0.000 1
	0.000 55	0.000 2		0.000 5	0.000 2
	0.002 0	0.000 3		0.002 1	0.000 3
	0.009 2	0.001 1		0.009 4	0.001 1
氧化铈	0.000 25	0.000 10	氧化铈	0.000 25	0.000 10
	0.000 6	0.000 2		0.000 6	0.000 2
	0.002 1	0.000 3		0.002 4	0.000 3
	0.009 5	0.001 1		0.009 5	0.001 1
氧化钆	0.000 25	0.000 10	氧化镨	0.000 25	0.000 10
	0.000 6	0.000 2		0.000 6	0.000 2
	0.002 1	0.000 3		0.002 2	0.000 3
	0.009 5	0.001 2		0.009 5	0.001 1

免费标准网(www.freebz.net)

注：重复性限(r)为 $2.8 \times S_r$, S_r 为重复性标准差。

17.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 11 所列允许差。

表 11

氧化物	质量分数/%	允许差/%	氧化物	质量分数/%	允许差/%
	0.000 1~0.000 3	0.000 1	氧化铈		
氧化镧	>0.000 3~0.001 0	0.000 2	氧化镨		
氧化铈	>0.001 0~0.003 0	0.000 4	氧化铈	0.000 05~0.000 1	0.000 05
氧化钆	>0.003 0~0.008 0	0.001 0	氧化铈	>0.000 1~0.000 3	0.000 1
氧化钇	>0.008 0~0.010	0.002	氧化铈	>0.000 3~0.001 0	0.000 2
			氧化钪	>0.001 0~0.003 0	0.000 4
			氧化铈	>0.003 0~0.008 0	0.001 0
			氧化铈	>0.008 0~0.010	0.002
			氧化铈		
			氧化铈		

18 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。

中华人民共和国
国家标准
稀土金属及其氧化物中稀土杂质
化学分析方法
钇中镧、铈、镨、钕、钐、铈、钆、铽、镱、
铟、铪、铋和铀量的测定
GB/T 18115.12—2006

*

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.bzcbs.com

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

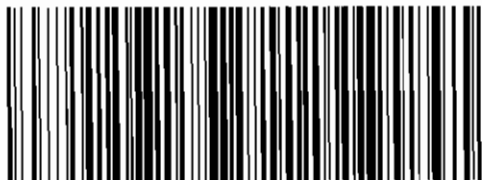
*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 22 千字
2006年9月第一版 2006年9月第一次印刷

*

书号:155066·1-27854 定价 12.00 元

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 18115.12-2006