

# 中华人民共和国国家标准

## 稀土氧化物化学分析方法

### 电感耦合等离子体发射光谱法测定氧化镝中

氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化钐、

氧化铕、氧化钆、氧化铽、氧化铈、氧化铟、

氧化铪、氧化铊、氧化镱和氧化铕量

GB/T 18115.8—2000

Dysprosium oxide—Determination of lanthanum oxide, cerium oxide, praseodymium oxide, neodymium oxide, samarium oxide, europium oxide, gadolinium oxide, terbium oxide, holmium oxide, erbium oxide, thulium oxide, ytterbium oxide, lutetium oxide and yttrium oxide contents—Inductively coupled plasma atomic emission spectrographic method

#### 1 范围

本标准规定了氧化镝中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化钐、氧化铕、氧化钆、氧化铽、氧化铈、氧化铟、氧化铪、氧化铊、氧化镱和氧化铕含量的测定方法。

本标准适用于氧化镝中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化钐、氧化铕、氧化钆、氧化铽、氧化铈、氧化铟、氧化铪、氧化铊、氧化镱和氧化铕含量的测定。测定范围见表1。

表1

氧化物	测定范围, %	氧化物	测定范围, %
氧化镧	0.000 1~0.100	氧化铽	0.004 0~0.100
氧化铈	0.004 0~0.100	氧化铈	0.004 0~0.100
氧化镨	0.004 0~0.100	氧化铟	0.001 0~0.100
氧化钕	0.002 0~0.100	氧化铪	0.000 5~0.100
氧化钐	0.002 0~0.100	氧化铊	0.000 5~0.100
氧化铕	0.001 0~0.100	氧化镱	0.000 5~0.100
氧化钆	0.002 0~0.100	氧化铕	0.000 5~0.100

#### 2 方法提要

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。以系数法校正被测共存元素的干扰,以基体匹配法校正基体对测定的影响。

#### 3 试剂

- 3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。
- 3.2 过氧化氢(30%)。
- 3.3 盐酸(1+1)。
- 3.4 硝酸(1+1)。
- 3.5 氩气(>99.99%)。

- 3.6 氧化镉标准溶液:称取 12.500 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化镉(>99.999%),置于 500 mL 烧杯中,加 40 mL 盐酸(3.1),低温加热溶清后冷却至室温,溶液移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 25 mg 氧化镉。
- 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(3.3),低温加热溶清后冷却至室温,溶液移入 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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镧的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。
- 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),加 10 mL 过氧化氢(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,溶液移入 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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铈的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。
- 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(3.3),低温加热溶清后冷却至室温,溶液移入 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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镨的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。
- 3.10 氧化钹标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化钹(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.3),低温加热溶清后冷却至室温,溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钹。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钹的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。
- 3.11 氧化钆标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化钆(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.3),低温加热溶清后冷却至室温,溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钆。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钆的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。
- 3.12 氧化铀标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化铀(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.3),低温加热溶清后冷却至室温,溶液移入 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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铀的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。
- 3.13 氧化钪标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化钪(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.3),低温加热溶清后冷却至室温,溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钪。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钪的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。
- 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),加 10 mL 过氧化氢(3.2),低温加热溶清后冷却至室温。溶液移入 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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铽的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。
- 3.15 氧化钶标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化钶(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.3),低温加热溶清后冷却至室温,溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钶。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钶的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。
- 3.16 氧化铒标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化铒(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.3),低温加热溶清后冷却至室温,溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化铒。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铒的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。
- 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(3.3),低温加热溶清后冷却至室温,溶液移入 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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  和 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  氧化铊的标准溶液,其酸度均为含 5% 的盐酸。

3.18 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(3.3),低温加热溶清后冷却至室温,溶液移入 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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  和 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  氧化镱的标准溶液,其酸度均为含 5% 的盐酸。

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(3.3),低温加热溶清后冷却至室温,溶液移入 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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  和 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  氧化镱的标准溶液,其酸度均为含 5% 的盐酸。

3.20 氧化铈标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$  灼烧 1 h 的氧化铈(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.3),低温加热溶清后冷却至室温,溶液移入 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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  和 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  氧化铈的标准溶液,其酸度均为含 5% 的盐酸。

#### 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,使用功率不小于 1.2 kW。

#### 5 试样

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

#### 6 分析步骤

##### 6.1 分析试液的配制

称取 1.000 0 g 试样(5),置于 200 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.3),于低温溶解至清,低温蒸发至体积为 1 mL 左右,稍冷,加 5 mL 水,低温加热至沸,冷却至室温,将溶液移入 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。待用。

##### 6.2 标样溶液的配制

将氧化镱标准溶液(3.6)和各稀土氧化物标准溶液(3.7~3.20)按表 2 分别移入 6 个 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.3),以水稀释至刻度,混匀,制得六个标样溶液。待用。

表 2

标液标号	各稀土(以氧化物计)浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$							
	氧化镱	氧化镧	氧化铈	氧化镨	氧化钕	氧化钐	氧化铈	氧化钇
1	10 000	0	0	0	0	0	0	0
2	10 000	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
3	10 000	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
4	10 000	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
5	10 000	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
6	10 000	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00
标液标号	各稀土(以氧化物计)浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$							
	氧化铈	氧化钐	氧化铈	氧化铈	氧化铈	氧化铈	氧化铈	氧化铈
1	0	0	0	0	0	0	0	0
2	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
3	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
4	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
5	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
6	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00

## 6.3 测定

## 6.3.1 测定条件:

等离子体光源:入射功率 0.70 kW,反射功率小于 0.005 kW。

氩气流量:冷却气流量 13 L/min,载气流量 0.42 L/min。

观测高度:线圈上方 15 mm。

## 6.3.2 分析线及线性范围见表 3。

表 3

元素	分析线,nm	线性范围,%	元素	分析线,nm	线性范围,%
La	379.478	0.000 1~0.100	Tb	384.873	0.004 0~0.100
Ce	429.667	0.004 0~0.100	Ho	381.075	0.004 0~0.100
Pr	417.939	0.004 0~0.100	Er	390.631	0.001 0~0.100
Nd	417.732	0.002 0~0.100	Tm	376.133	0.000 5~0.100
Sm	428.079	0.002 0~0.100	Yb	289.136	0.000 5~0.100
Eu	393.048	0.001 0~0.100	Lu	261.542	0.000 5~0.100
Gd	335.047	0.002 0~0.100	Y	377.433	0.000 5~0.100

## 6.3.3 将分析试液(6.1)与标样溶液(6.2)同时进行氩等离子体光谱测定。

## 7 分析结果的计算

将标样溶液的含量直接输入计算机,根据标样溶液和分析试液的强度值,由计算机计算并输出分析结果。

## 8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许相对差。

表 4

氧化物	含量范围,%	允许相对差,%	氧化物	含量范围,%	允许相对差,%
氧化铈	0.004 0~0.010 0	40	氧化镧	0.001 0~0.005 0	40
氧化镨	>0.010~0.030	30	氧化铈	>0.005~0.020	30
氧化铽	>0.030~0.060	25	氧化钪	>0.020~0.060	25
氧化钆	>0.06~0.10	20		>0.06~0.10	20
氧化钆	0.002 0~0.010 0	40	氧化铈	0.000 5~0.002 0	40
氧化钆	>0.010~0.030	30	氧化钆	>0.002~0.010	30
氧化钆	>0.030~0.060	25	氧化铈	>0.010~0.040	25
	>0.06~0.10	20	氧化镨	>0.040~0.100	20