



中华人民共和国国家标准

GB/T 23594.2—2009

钐钕钷富集物化学分析方法 第2部分：十五个稀土元素 氧化物配分量的测定 电感耦合等离子发射光谱法

Chemical analysis methods of rare earth contents
in samarium-europium-gadolinium concentrates—
Part 2: Determination of fifteen rare earth oxide relative contents—
Inductively coupled plasma emission spectrometry

2009-04-23 发布

2010-02-01 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 23594—2009《钐钕钷富集物化学分析方法》共分 2 个部分：

——第 1 部分：稀土氧化物总量的测定 重量法；

——第 2 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。

本部分为第 2 部分。

本部分由全国稀土标准化技术委员会提出并归口。

本部分由内蒙古包钢稀土科技股份有限公司、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、江阴加华新材料资源有限公司、包头华美有限公司参加起草。

本部分主要起草人：张桂梅、常瑞敏、杨春红。

本部分参加起草人：刘晓杰、金司琴高娃、李小军、何凤娟、龚建华。

钐钇富集物化学分析方法

第 2 部分：十五个稀土元素 氧化物配分量的测定

电感耦合等离子发射光谱法

1 范围

本部分规定了钐钇富集物中十五个稀土元素氧化物配分量的测定方法。

本部分适用于钐钇富集物中十五个稀土元素氧化物配分量的测定。测定范围见表 1。

表 1

氧化物	测定范围(配分量)/%
氧化钐	20.00~80.00
氧化钇	5.00~20.00
氧化钆	10.00~25.00
氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化铈、 氧化钪、氧化铟、氧化铪、氧化铊、氧化铋	0.10~5.00
氧化铯	0.10~2.00
氧化铷	1.00~10.00

2 方法原理

试料经盐酸溶解。在稀酸介质中,直接以氩等离子体光源激发,进行光谱测定,测定结果进行归一化处理。

3 试剂和材料

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 氧化镧标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化镧(ReO>99.5%, La₂O₃/ReO>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。

3.6 氧化铈标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化铈(ReO>99.5%, CeO₂/ReO>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。

3.7 氧化镨标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化镨(ReO>99.5%, Pr₆O₁₁/ReO>

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。

3.8 氧化钕标准贮存溶液:称取0.100 0 g经950 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化钕($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Nd}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$),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。

3.9 氧化钐标准贮存溶液:称取0.100 0 g经950 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化钐($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Sm}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$),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 氧化钐的标准溶液。

3.10 氧化铈标准贮存溶液:称取0.100 0 g经950 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化铈($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Eu}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$),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。

3.11 氧化钪标准贮存溶液:称取0.100 0 g经950 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化钪($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Gd}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$)置于100 mL烧杯中,加10 mL盐酸(3.2),低温加热溶解至清,取下冷却,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。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg 和1 mL含10 μg 氧化钪的标准溶液。

3.12 氧化铽标准贮存溶液:称取0.100 0 g经950 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化铽($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Tb}_2\text{O}_7/\text{REO}>99.99\%$),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。

3.13 氧化镨标准贮存溶液:称取0.100 0 g经950 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化镨($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Dy}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$),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。

3.14 氧化钬标准贮存溶液:称取0.100 0 g经950 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化钬($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Ho}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$),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氧化钬。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg 和1 mL含10 μg 氧化钬的标准溶液。

3.15 氧化铒标准贮存溶液:称取0.100 0 g经950 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化铒($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Er}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$),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氧化铒。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg 和1 mL含10 μg 氧化铒的标准溶液。

3.16 氧化铥标准贮存溶液:称取0.100 0 g经950 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化铥($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Tm}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$),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氧化铥。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg 和1 mL含10 μg 氧化铥的标准溶液。

3.17 氧化镱标准贮存溶液:称取0.100 0 g经950 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化镱($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Yb}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$),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。

3.18 氧化镨标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 950 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化镨($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Lu}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$),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,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。

3.19 氧化钇标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 950 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化钇($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$),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,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 氧化钇。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钇的标准溶液。

3.20 氙气(纯度 $>99.99\%$)。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体光谱仪:分辨率 $<0.006\text{ nm}$ (200 nm 处)。

4.2 光源:氙等离子体光源。

5 试样

5.1 固体钐钨氧化物富集物的试样于 950 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h,置于干燥器中,冷却至室温,立即称量。

5.2 固体钐钨碳酸盐富集物的试样开封后立即称量。

5.3 液体钐钨富集物试样摇匀后分取。

6 分析步骤

6.1 试料

6.1.1 固体钐钨氧化物富集物的试样:称取 0.200 0 g 试样(5.1),精确至 0.000 1 g。

6.1.2 固体钐钨碳酸盐富集物的试样:称取 10.00 g 试样(5.2),精确至 0.000 1 g。

6.1.3 液体钐钨富集物:准确移取一定体积的试液(5.3),精确至 0.01 mL。

6.2 测定次数

称取两份试料,进行平行测定,取其平均值。

6.3 分析试液的制备

6.3.1 将试料(6.1.1)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 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.3.2 将试料(6.1.2)置于 300 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(3.3),加热分解至试料溶解完全,移入 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。分取 5.0 mL 该溶液于 250 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀。

6.3.3 将试液(6.1.3)移入容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀。使试液中稀土氧化物总浓度约为 1 mg/mL。

6.3.4 将试料(6.3.1、6.3.2、6.3.3)各分取 5.00 mL,移入 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀,待用。

6.4 标准系列溶液的制备

将各稀土氧化物标准溶液(3.5~3.19)按表 2 分别移入 3 个 100 mL 容量瓶中,并加入 8 mL 盐酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀,制得标准系列溶液(表 2),待用。

表 2

标液标号	各稀土浓度/(μg/mL)							
	氧化镧	氧化铈	氧化镨	氧化钕	氧化钐	氧化铈	氧化钇	氧化铽
1	0	0	0	0	0	0	0	0
2	0.5	0.5	0.5	0.5	80.0	5.0	10.0	0.5
3	5.0	5.0	5.0	5.0	20.0	20.0	25.0	2.0

标液标号	各稀土浓度/(μg/mL)							
	氧化镧	氧化钕	氧化铈	氧化钐	氧化铈	氧化镨	氧化钇	氧化铽
1	0	0	0	0	0	0	0	0
2	0.5	0.2	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	1.0
3	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	10.0

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	398.852	Dy	353.170
Ce	446.021	Ho	339.898
Pr	410.070	Er	337.371
Nd	401.225	Tm	313.126
Sm	442.434	Yb	328.937
Eu	272.778	Lu	261.542
Gd	342.246	Y	371.030
Tb	324.228	—	—

6.5.2 将分析试液(6.3.4)与标准系列溶液(6.4)同时进行钷等离子体光谱测定。

7 分析结果的计算与表述

按式(1)计算固体钷钐钇富集物和液体钷钐钇富集物中十五个稀土元素氧化物的配分量(%)：

$$\text{配分量} = \frac{\rho_i}{\sum \rho_j} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

ρ_i ——待测稀土元素氧化物的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

$\sum \rho_j$ ——各稀土元素氧化物的质量浓度之和，单位为微克每毫升(μg/mL)。

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 4 数据采用线性内插法求得。

表 4

氧化物	配分量/%	重复性限(r)/%
氧化钪	47.91	0.85
	60.89	1.30
氧化铈	8.15	0.28
	12.75	0.42
氧化钇	17.17	0.62
	22.53	1.13
氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化钐、 氧化铪、氧化铟、氧化铋、氧化镧	0.14	0.03
	0.91	0.06
	4.57	0.17
氧化铪	0.11	0.03
	1.61	0.06
氧化铋	1.15	0.06
	10.57	0.39

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 5 所列允许差。

表 5

氧化物	配分量/%	允许差/%
氧化钪	20.00~50.00	1.00
	>50.00~80.00	1.50
氧化铈	5.00~10.00	0.35
	>10.00~20.00	0.45
氧化钇	10.00~20.00	0.80
	>20.00~25.00	1.20
氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化钐、 氧化铪、氧化铟、氧化铋、氧化镧	0.10~1.00	0.15
	>1.00~5.00	0.20
氧化铪	0.10~1.00	0.05
	>1.00~2.00	0.10
氧化铋	1.00~5.00	0.10
	>5.00~10.00	0.50

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。