



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 18115.9—2006  
代替 GB/T 18115.8—2000

## 稀土金属及其氧化物中稀土杂质 化学分析方法

镝、钬、铈、镨、钕、钐、钇、钆、铽、  
铈、铟、铪、铌、钨和钽量的测定

免费标准网(www.freebz.net)

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

Dysprosium—Determination of lanthanum, cerium, praseodymium,  
neodymium, samarium, europium, gadolinium, terbium, holmium, erbium,  
thulium, ytterbium, lutetium and yttrium 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 18115.8—2000《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镨中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钇、氧化铈、氧化钆、氧化钇、氧化铈、氧化钆、氧化铈、氧化钆和氧化钇量》，本部分与前一版本相比主要变化如下：

- 电感耦合等离子体光谱法，修改了 6 条参考谱线，分别为：镧由 379.478 nm 修改为 408.672 nm、钇由 428.079 nm 修改为 442.434 nm、铈由 393.048 nm 修改为 381.967 nm、钆由 376.133 nm 修改为 379.575 nm、铈由 289.136 nm 修改为 369.328 nm、钇由 377.433 nm 修改为 508.029 nm；
- 电感耦合等离子体光谱法，增加了 7 条参考谱线，分别为：铈 429.667 nm、镨 525.973 nm、钆 509.280 nm、钇 385.098 nm、铈 332.440 nm、钇 404.544 nm 和铈 369.265 nm；
- 增加了精密度(重复性)条款；
- 增加了电感耦合等离子体质谱法。

两个方法的分析范围有重叠部分时，以方法 2 作为仲裁方法。

本标准由国家发展和改革委员会稀土办公室提出。

本标准由全国稀土标准化技术委员会归口并负责解释。

免费标准网(www.freebz.net)

本标准方法 1 由包头稀土研究院起草。

本标准方法 1 由上海跃龙新材料股份有限公司、湖南升华稀土金属材料有限责任公司参加起草。

本标准方法 1 主要起草人：杜梅、崔爱端、许涛。

本标准方法 1 主要验证人：谈世群、封望亭、吴克平。

本标准方法 2 由包头稀土研究院起草。

本部分方法 2 由内蒙古包钢稀土高科、北京有色金属研究总院参加起草。

本部分方法 2 主要起草人：张翼明、郝冬梅、杨宁。

本部分方法 2 主要验证人：于晶雪、张桂梅、李继东、伍星。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 18115.8—2000。

# 稀土金属及其氧化物中稀土杂质 化学分析方法

## 镨中镧、铈、镨、钆、钇、铈、钕、钐、铈、 钐、钐、铈、钐和钐量的测定

### 电感耦合等离子体光谱法(方法 1)

#### 1 范围

本方法规定了氧化镨中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钇、氧化铈、氧化钐、氧化钐、氧化铈、氧化钐、氧化铈、氧化钐和氧化钐含量的测定方法。

本方法适用于氧化镨中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钇、氧化铈、氧化钐、氧化钐、氧化铈、氧化钐、氧化铈、氧化钐和钐含量的测定。测定范围见表 1。

本方法也适用于金属镨中镧、铈、镨、钆、钇、铈、钐、钐、铈、钐和钐含量的测定。

表 1

免费标准网(www.freebz.net)			
氧化镧	0.001 0~0.100	氧化铈	0.005 0~0.100
氧化铈	0.005 0~0.100	氧化钐	0.001 0~0.100
氧化镨	0.005 0~0.100	氧化钐	0.001 0~0.100
氧化钆	0.001 0~0.100	氧化铈	0.001 0~0.100
氧化钇	0.001 0~0.100	氧化钐	0.001 0~0.100
氧化铈	0.001 0~0.100	氧化钐	0.001 0~0.100
氧化钐	0.001 0~0.100	氧化钐	0.001 0~0.100
氧化钐	0.002 0~0.100	氧化钐	0.001 0~0.100

#### 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

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 氧化镨基体溶液:称取 25.000 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化镨(>99.999%),置于 250 mL 烧杯中,加 75 mL 盐酸(3.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 mg 氧化镨。

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  $\mu\text{g}$ 和1 mL含10  $\mu\text{g}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ 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  $\mu\text{g}$ 和1 mL含10  $\mu\text{g}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ 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  $\mu\text{g}$ 和1 mL含10  $\mu\text{g}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ 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  $\mu\text{g}$ 和1 mL含10  $\mu\text{g}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ 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  $\mu\text{g}$ 和1 mL含10  $\mu\text{g}$ 氧化钐的标准溶液。

3.12 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(3.2),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  $\mu\text{g}$ 和1 mL含10  $\mu\text{g}$ 氧化铈的标准溶液。

3.13 氧化钐标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900 $^{\circ}\text{C}$ 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  $\mu\text{g}$ 和1 mL含10  $\mu\text{g}$ 氧化钐的标准溶液。

3.14 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 氧化铈。再将此溶液用盐酸(3.3)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。

3.15 氧化钐标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900 $^{\circ}\text{C}$ 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  $\mu\text{g}$ 和1 mL含10  $\mu\text{g}$ 氧化钐的标准溶液。

3.16 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(3.2),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  $\mu\text{g}$ 和1 mL含10  $\mu\text{g}$ 氧化铈的标准溶液。

3.17 氧化钐标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900 $^{\circ}\text{C}$ 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  $\mu\text{g}$ 和1 mL含10  $\mu\text{g}$ 氧化钐的标准溶液。

3.18 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(3.2),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  $\mu\text{g}$ 和1 mL含10  $\mu\text{g}$ 氧化镱的标准溶液。

3.19 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,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  $\mu\text{g}$ 和1 mL含10  $\mu\text{g}$ 氧化镨的标准溶液。

3.20 氧化钇标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化钇(>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  $\mu\text{g}$ 和1 mL含10  $\mu\text{g}$ 氧化钇的标准溶液。

#### 4 仪器

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0.200 g试样(5.1),精确至0.000 1 g。

##### 6.1.2 金属试料

称取0.174 g试样(5.2),精确至0.000 1 g。

##### 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

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100 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

将氧化镨标准溶液(3.6)和各稀土氧化物标准溶液(3.7~3.20)按表2分别移入3个100 mL容量瓶中,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,待用。

表 2

标液 标号	各稀土(以氧化物计)质量浓度/( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )							
	氧化镨	氧化镧	氧化铈	氧化镨	氧化钆	氧化钇	氧化铈	氧化钇
1	2 000	0	0	0	0	0	0	0
2	2 000	0.04	0.20	0.20	0.20	0.20	0.04	0.20
3	2 000	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00

表 2(续)

标液 标号	各稀土(以氧化物计)质量浓度/(μg/mL)						
	氧化铈	氧化钬	氧化铈	氧化铈	氧化铈	氧化铈	氧化铈
1	0	0	0	0	0	0	0
2	0.20	0.20	0.20	0.20	0.04	0.04	0.04
3	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00

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	408.672	Tb	332.440,384.875
Ce	428.994,429.667	Ho	404.544,381.073
Pr	417.939,525.973	Er	369.265,390.631
Nd	509.280,417.732	Tm	379.575,313.126
Sm	442.434	Yb	369.469,328.937
Eu	381.967	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)同时进行氩等离子体光谱测定。

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*<sub>0</sub>——试液总体积,单位为毫升(mL);

*m*<sub>0</sub>——试料的质量,单位为克(g)。

表 4

元 素	<i>k</i>	元 素	<i>k</i>
La	0.852 6	Tb	0.850 2
Ce	0.814 0	Ho	0.873 0
Pr	0.827 7	Er	0.874 5
Nd	0.857 3	Tm	0.875 6
Sm	0.861 4	Yb	0.878 2
Eu	0.863 6	Lu	0.879 4
Gd	0.867 6	Y	0.787 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( $r$ )
氧化镧	0.002 2	0.000 4	氧化铍	0.005 0	0.001
	0.011	0.001		0.012	0.003
	0.052	0.003		0.060	0.005
氧化铈	0.005 0	0.000 3	氧化钪	0.001 3	0.000 3
	0.009 5	0.001 5		0.010	0.002
	0.051	0.003		0.056	0.005
氧化铈	0.005 2	0.002	氧化钪	0.000 7	0.000 3
氧化铈	0.012	0.004	氧化钪	0.009 3	0.001 0
	0.049	0.006		0.057	0.004
氧化钆	0.001 2	0.000 3	氧化铈	0.001 5	0.000 2
	0.012	0.005		0.009 9	0.001 1
	0.052	0.007		0.051	0.004
氧化钆	0.002 0	0.000 4	氧化铈	0.003 6	0.000 8
	0.009 6	0.003 6		0.012	0.002
	0.052	0.005		0.062	0.004
氧化铈	0.002 2	0.000 3	氧化铈	0.001 5	0.000 7
	0.009 8	0.000 7		0.011	0.002
	0.052	0.002		0.052	0.005
氧化钇	0.002 0	0.000 5	氧化钇	0.002 0	0.000 4
	0.011	0.004		0.011	0.002
	0.052	0.006		0.054	0.004

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	0.001 0~0.002 0 >0.002 0~0.003 0 >0.003 0~0.005 0 >0.005 0~0.010 >0.010~0.030 >0.030~0.050 >0.050~0.080 >0.080~0.100	0.000 5 0.000 8 0.001 2 0.002 0 0.003 0.005 0.008 0.012	氧化铈 氧化镨 氧化铈 氧化镨 氧化铈 氧化镨	0.005 0~0.010 >0.010~0.030 >0.030~0.050 >0.050~0.080 >0.080~0.100	0.002 0 0.003 0.005 0.008 0.012
氧化铈					
氧化镨					
氧化铈					
氧化镨					
氧化铈					
氧化镨					
氧化铈					
氧化镨					
氧化铈					
氧化镨					

9 质量保证与控制

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。

中成理合第商之体质进注(古注?)

免费标准网(www.freebz.net)

10 范围

本方法规定了氧化镨中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化铈、氧化钆、氧化钇、氧化镧、氧化铈、氧化钆、氧化铈、氧化钆、氧化铈、氧化钆和氧化钇含量的测定方法。

本方法适用于氧化镨中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化铈、氧化钆、氧化钇、氧化镧、氧化铈、氧化钆、氧化铈、氧化钆、氧化铈、氧化钆和氧化钇含量的测定。测定范围见表 7。

本方法也适用于金属镨中镧、铈、镨、钆、钇、镧、铈、钆、钇、铈、钆、铈、钆和钇含量的测定。

表 7

氧化物	质量分数/%	氧化物	质量分数/%
氧化镧	0.000 1~0.050	氧化铈	0.000 1~0.050
氧化铈	0.000 1~0.050	氧化钆	0.000 1~0.050
氧化镨	0.000 1~0.050	氧化铈	0.000 1~0.050
氧化铈	0.000 1~0.050	氧化钆	0.000 1~0.050
氧化钆	0.000 1~0.050	氧化铈	0.000 1~0.050
氧化钇	0.000 1~0.050	氧化钆	0.000 1~0.050
氧化镧	0.000 1~0.050	氧化铈	0.000 1~0.050
氧化铈	0.000 1~0.050	氧化钆	0.000 1~0.050

11 方法原理

试样以硝酸溶解,在稀硝酸介质中,以氩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 氯化铯,优级纯。

12.2 过氧化氢(30%),优级纯。

12.3 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL),优级纯。

12.4 硝酸(1+3)。

12.5 硝酸(1+19)。

12.6 铯内标溶液:称取0.1270 g 氯化铯(12.1),加10 mL水,溶解完全,加10 mL硝酸(12.4),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(12.5)逐步稀释成1 mL含1  $\mu$ g 铯的内标溶液。

12.7 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硝酸(12.4),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  $\mu$ g氧化镧。

12.8 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(12.4),2 mL过氧化氢(12.2),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  $\mu$ g氧化铈。

12.9 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硝酸(12.4),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

12.10 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硝酸(12.4),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  $\mu$ g氧化钕。 免费标准网(www.freebz.net)

12.11 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硝酸(12.4),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  $\mu$ g氧化钐。

12.12 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硝酸(12.4),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  $\mu$ g氧化铀。

12.13 氧化钇标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900℃灼烧1 h的氧化钇(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(12.4),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  $\mu$ g氧化钇。

12.14 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硝酸(12.4),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  $\mu$ g氧化铋。

12.15 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硝酸(12.4),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  $\mu$ g氧化铊。

12.16 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硝酸(12.4),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  $\mu$ g氧化镉。

12.17 氧化汞标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900℃灼烧1 h的氧化汞(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(12.4),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  $\mu$ g氧化汞。

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(12.4),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(12.4),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。

12.20 氧化钇标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900℃灼烧1 h的氧化钇(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(12.4),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氧化钇。

12.21 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(12.7~12.20)置于100 mL容量瓶中,加10 mL硝酸(12.4),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(12.5)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。

12.22 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

14.2 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 分析步骤

#### 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	0.25
>0.005 0~0.050	0.1

#### 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5 mL水、5 mL硝酸(12.4),低温加热至溶解完全,立即取下,冷却,移入50 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,从中分取1.00 mL溶液于10 mL比色管中,加入0.50 mL铈内标溶液(12.6),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、5.00 mL、10.00 mL混合稀土标准溶液(12.21)于5个100 mL容量瓶中,加入2.0 mL铈内标溶液(12.6),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、50.0 ng、100 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	测定同位素质量数	元素	测定同位素质量数
La	139	Ho	165
Ce	140	Er	167,168
Pr	141	Tm	169
Nd	146	Yb	171
Sm	147	Lu	175
Eu	151,153	Y	89
Gd	155,157	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)同时进行氦等离子体质谱测定。

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,用内标法进行校正,由计算机计算并输出空白试验

免费标准网(www.freebz.net)

按式(2)计算被测稀土元素的质量分数(%):

$$w(X) = \frac{k \cdot (c - c_0) \cdot V_2 \cdot V_0 \times 10^{-9}}{m \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

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);

$V_0$ ——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 3	0.000 1	氧化钆	0.000 6	0.000 1
	0.005 0	0.000 4		0.005 2	0.000 5
	0.052	0.004		0.052	0.004

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 4	0.000 1	氧化钛	0.000 5	0.000 1
	0.006 2	0.000 4		0.006 2	0.000 3
	0.054	0.003		0.060	0.004
氧化镨	0.000 5	0.000 1	氧化铷	0.000 3	0.000 1
	0.005 0	0.000 3		0.007 0	0.000 4
	0.053	0.004		0.060	0.005
氧化钕	0.000 6	0.000 1	氧化铈	0.000 3	0.000 1
	0.005 3	0.000 3		0.008 0	0.000 2
	0.052	0.004		0.053	0.003
氧化铀	0.000 3	0.000 1	氧化镱	0.000 3	0.000 1
	0.007 0	0.000 4		0.009 6	0.000 5
	0.051	0.006		0.061	0.004
氧化钐	0.000 4	0.000 1	氧化镱	0.000 3	0.000 1
	0.005 9	0.000 3		0.003 5	0.000 2
	0.054	0.003		0.054	0.002
氧化铯	0.011	0.000 5	氧化钇	0.007 0	0.000 4
	0.064	0.004		0.059	0.003

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/%
氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化钐、 氧化铀、氧化钐、氧化铯、氧化钛、氧化铷、 氧化铈、氧化镱、氧化镱、氧化钇	0.000 1~0.000 3	0.000 1
	>0.000 3~0.000 8	0.000 2
	>0.000 8~0.002 0	0.000 3
	>0.002 0~0.005 0	0.000 5
	>0.005 0~0.010	0.001 5
	>0.010~0.030	0.003
	>0.030~0.050	0.005

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。

免费标准网(www.freebz.net)

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  
镨 中 镧、铈、镨、钆、钇、铈、钕、钐、铈、  
钐、铈、铈、铈和钐量的测定  
GB/T 18115.9—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.bzcs.com](http://www.bzcs.com)

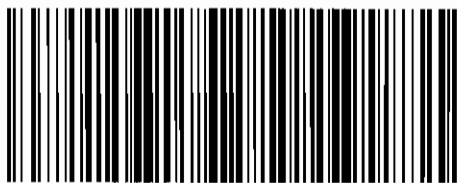
电 话：68523946 68517548

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：155066·1-27851 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 18115.9-2006