



中华人民共和国国家标准

GB/T 26416.2—2010

镝铁合金化学分析方法 第2部分：稀土杂质含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Chemical analysis methods of dysprosium ferroalloy—
Part 2: Determination of rare earth impurity contents—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2011-01-14 发布

2011-11-01 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

GB/T 26416《铈铁合金化学分析方法》共分 5 个部分：

- 第 1 部分：稀土总量的测定 重量法；
- 第 2 部分：稀土杂质含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 3 部分：钙、镁、铝、硅、镍、钼、钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 4 部分：铁量的测定 重铬酸钾容量法；
- 第 5 部分：氧量的测定 脉冲-红外吸收法。

本部分为第 2 部分。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分由包头稀土研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由包头稀土研究院起草。

本部分由赣州虔东稀土集团股份有限公司、内蒙古包钢稀土(集团)高科技股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人：刘晓杰、杜梅、崔爱端。

本部分参加起草人：姚南红、温斌、杨春红、魏晓鸥、常瑞敏。

镨铁合金化学分析方法

第 2 部分：稀土杂质含量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

GB/T 26416 的本部分规定了镨铁合金中镧、铈、镨、钕、钐、钆、铈、钨、钽、钼、铪、铌、钨、钇含量的测定方法。

本部分适用于镨铁合金中镧、铈、镨、钕、钐、钆、铈、钨、钽、钼、铪、铌、钨、钇含量的测定。测定范围见表 1。

表 1

元素	质量分数/%	元素	质量分数/%
镧	0.005 0~0.50	铈	0.010~0.50
铈	0.005 0~0.50	钨	0.010~0.50
镨	0.005 0~0.50	钼	0.010~0.50
钕	0.005 0~0.50	铪	0.005 0~0.50
钐	0.005 0~0.50	铌	0.005 0~0.50
钆	0.005 0~0.50	钨	0.005 0~0.50
铈	0.010~0.50	钇	0.010~0.50

2 原理

试料以盐酸溶解，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 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 过氧化氢(30%)。

3.4 镧标准贮存溶液：称取 0.117 3 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化镧(ReO>99.5%，La₂O₃/ReO>99.99%)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 1 000 μg 镧。

3.5 铈标准贮存溶液：称取 0.122 8 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化铈(ReO>99.5%，Ce₂O₃/ReO>99.99%)于 100 mL 烧杯中，加 10 mL 硝酸(3.1)，加 2 mL 过氧化氢(3.3)，低温加热至溶解完全，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 1 000 μg 铈。

3.6 镨标准贮存溶液：称取 0.120 8 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化镨(ReO>99.5%，Pr₂O₃/ReO>99.99%)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 1 000 μg 镨。

3.7 钕标准贮存溶液：称取 0.116 6 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化钕(ReO>99.5%，Nd₂O₃/ReO>99.99%)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 1 000 μg 铈。

3.8 钐标准贮存溶液:称取 0.116 0 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化钐($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Sm}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$)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 1 000 μg 钐。

3.9 铕标准贮存溶液:称取 0.115 8 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化铕($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Eu}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$)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 1 000 μg 铕。

3.10 钆标准贮存溶液:称取 0.115 2 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化钆($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Gd}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$)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 1 000 μg 钆。

3.11 铽标准贮存溶液:称取 0.117 6 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化铽($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Tb}_4\text{O}_7/\text{REO}>99.99\%$)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 1 000 μg 铽。

3.12 钇标准贮存溶液:称取 0.114 5 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化钇($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Ho}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$)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 1 000 μg 钇。

3.13 铈标准贮存溶液:称取 0.114 4 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化铈($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Er}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$)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 1 000 μg 铈。

3.14 铈标准贮存溶液:称取 0.114 2 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化铈($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Tm}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$)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 1 000 μg 铈。

3.15 镱标准贮存溶液:称取 0.113 9 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化镱($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Yb}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$)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 1 000 μg 镱。

3.16 镱标准贮存溶液:称取 0.113 7 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化镱($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Lu}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$)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 1 000 μg 镱。

3.17 铈标准贮存溶液:称取 0.127 0 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化铈($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$)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 1 000 μg 铈。

3.18 镱基体溶液:称取 5.738 6 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化镱($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Dy}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$),置于 250 mL 烧杯中,加 25 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 50 mg 镱。

3.19 氩气(纯度 $>99.99\%$)。

4 仪器

4.1 全谱直读等离子体发射光谱仪。

4.2 光源:氩等离子体光源,使用功率不小于 1.0 kW。

5 试样

金属试样应去掉表面氧化层,取样后立即称量。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 2.7 g 试样(5),精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

称取两份试料(6.1)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 20 mL 盐酸(3.2),逐滴滴入过氧化氢(3.3),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。分取此溶液加 5 mL 盐酸(3.2)以水稀释 10 倍,待用。

6.4 系列标准溶液的制备

将镨标准溶液(3.18)及各稀土标准溶液(3.4~3.17)按表 2 分别移入 5 个 50 mL 容量瓶中,并加入 10 mL 盐酸(3.1),以水稀释至刻度,混匀,制得 5 个系列标准溶液,待用。

表 2

标液标号	各稀土元素质量浓度/($\mu\text{g}/\text{mL}$)						
	镨	铈	铈	镧	铈	钆	铈
1	4 000	0	0	0	0	0	0
2	4 000	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
3	4 000	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50
4	4 000	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
5	4 000	25.00	25.00	25.00	25.00	25.00	25.00

标液标号	各稀土元素质量浓度/($\mu\text{g}/\text{mL}$)							
	钐	铈	钆	铈	铈	铈	铈	铈
1	0	0	0	0	0	0	0	0
2	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
3	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50
4	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
5	25.00	25.00	25.00	25.00	25.00	25.00	25.00	25.00

6.5 测定

6.5.1 分析线见表 3。

表 3

元素	分析线/nm	元素	分析线/nm
La	408.671,412.322,379.477	Tb	321.998,332.440,384.873,350.914
Ce	446.021,428.993	Ho	379.675,341.644,345.600
Pr	511.076,525.973,417.939	Er	389.623,369.265,390.631
Nd	401.224,411.732,410.907	Tm	313.125,379.576,346.220
Sm	443.432,442.434,445.851	Yb	281.938,328.937,369.419
Eu	381.967,664.506,272.778	Lu	261.541,307.760
Gd	342.246,376.840,385.098	Y	361.104,360.192,224.303,371.029

6.5.2 依次测定系列标准溶液(6.4),分析试液(6.3),由计算机输出分析试液(6.3)的质量浓度。

7 分析结果的计算与表述

将标准系列溶液(6.4)的各稀土杂质的质量浓度直接输入计算机,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(%):

$$w(X) = \frac{\rho V_2 V_0 \times 10^{-6}}{m V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得被测稀土元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_2 ——试液的测定体积,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 ——分取试液体积,单位为毫升(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4数据采用线性内插法求得:

表 4

元素	质量分数/%	重复性限(r)/%	元素	质量分数/%	重复性限(r)/%
镧	0.003 1	0.000 8	钆	0.017	0.003
	0.020	0.002		0.130	0.015
	0.038	0.002		0.50	0.03
铈	0.007 3	0.002 0	铽	0.020	0.004
	0.024	0.003		0.12	0.02
	0.041	0.003		0.48	0.03
镨	0.007 3	0.002 0	铈	0.035	0.001
	0.031	0.003		0.15	0.01
	0.040	0.003		0.50	0.02
钕	0.022	0.007	铈	0.002 6	0.000 8
	0.049	0.003		0.11	0.01
	0.059	0.003		0.50	0.02
钐	<0.002	—	铈	<0.002	—
	0.016	0.002		0.019	0.003
	0.037	0.002		0.036	0.002
铕	<0.002	—	铈	<0.002	—
	0.016	0.002		0.016	0.002
	0.034	0.002		0.034	0.003

表 4 (续)

元素	质量分数/%	重复性限(r)/%	元素	质量分数/%	重复性限(r)/%
镨	0.003 8	0.000 3	钇	0.027	0.003
	0.020	0.002		0.160	0.015
	0.041	0.003		0.470	0.015

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 5 所列允许差。

表 5

稀土杂质	质量分数/%	允许差/%	稀土杂质	质量分数/%	允许差/%
镧、钪、铈、 钇、铟、铪、 铋、镨、钕	0.005 0~0.010	0.000 8	铈、镨、钕、 钐、铽	0.005 0~0.010	0.002 0
	>0.010~0.020	0.002		>0.010~0.020	0.004
	>0.020~0.050	0.003		>0.020~0.050	0.005
	>0.050~0.100	0.008		>0.050~0.10	0.010
	>0.100~0.30	0.015		>0.10~0.30	0.02
	>0.30~0.50	0.02		>0.30~0.50	0.03

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。