



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 16484.20—2009

## 氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第 20 部分：氧化镍、氧化锰、氧化铅、 氧化铝、氧化锌、氧化钍量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Chemical analysis methods of rare earth chloride  
and light rare earth carbonate—

Part 20: Determination of nickel oxide, manganese oxide, lead oxide,  
aluminum oxide, zinc oxide, thorium oxide content—

Inductively coupled plasma mass spectrometry

2009-10-30 发布

2010-05-01 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 16484—2009《氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法》共分 22 个部分：

- 第 1 部分：氧化铈量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 2 部分：氧化铈量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 3 部分：15 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；
- 第 4 部分：氧化钪量的测定 偶氮胂Ⅲ分光光度法；
- 第 5 部分：氧化钡量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 6 部分：氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：氧化钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：氧化镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：氧化锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：氧化铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：硫酸根量的测定；
- 第 13 部分：氯化铵量的测定 蒸馏-滴定法；
- 第 14 部分：磷酸根量的测定 铋磷钼蓝分光光度法；
- 第 15 部分：碳酸轻稀土中氯量的测定 硝酸银比浊法；
- 第 16 部分：氯化稀土中水不溶物量的测定 重量法；
- 第 17 部分：碳酸稀土中水分量的测定；
- 第 18 部分：碳酸轻稀土中灼减量的测定 重量法；
- 第 20 部分：氧化镍、氧化锰、氧化铅、氧化铝、氧化锌、氧化钪量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 21 部分：氧化铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 22 部分：氧化锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 23 部分：碳酸轻稀土中酸不溶物量的测定 重量法。

本部分为 GB/T 16484 的第 20 部分。

本部分由全国稀土标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：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。

本部分由赣州有色冶金研究所起草。

本部分参加起草单位：北京有色金属研究总院、包钢稀土高科技股份有限公司。

本部分主要起草人：潘建忠、钟道国。

本部分参加起草人：邵荣珍、刘鹏宇、魏晓鸥、杨玉芳、常瑞敏。

# 氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法

## 第 20 部分：氧化镍、氧化锰、氧化铅、 氧化铝、氧化锌、氧化钍量的测定

### 电感耦合等离子体质谱法

#### 1 范围

GB/T 16484 的本部分规定了氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化镍、氧化锰、氧化铅、氧化铝、氧化锌、氧化钍量的测定方法。

本部分适用于氯化稀土、碳酸轻稀土中氧化镍、氧化锰、氧化铅、氧化铝、氧化锌、氧化钍量的测定。测定范围见表 1。

表 1

氧化物	含量范围(质量分数)/%	氧化物	含量范围(质量分数)/%
氧化铝	0.002 0~0.10	氧化锰	0.001 0~0.10
氧化镍	0.001 0~0.010	氧化锌	0.010~0.20
氧化铅	0.001 0~0.010	氧化钍	0.000 5~0.30

#### 2 方法原理

试样以硝酸溶解,在稀酸介质中,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。

#### 3 试剂与材料

3.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL),优级纯。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 硝酸(1+199)。

3.4 铝标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 纯金属铝片 [ $w(\text{Al}) \geq 99.99\%$ ] 于 300 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸(1+1),1 滴汞,加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铝。

3.5 锰标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 纯金属锰 [ $w(\text{Mn}) \geq 99.95\%$ ] 于 300 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.2),加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

3.6 镍标准贮存溶液:准确称取 0.200 0 g 纯金属镍 [ $w(\text{Ni}) \geq 99.95\%$ ] 于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.2),加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 200  $\mu\text{g}$  镍。

3.7 锌标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 纯金属锌 [ $w(\text{Zn}) \geq 99.99\%$ ] 于 300 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.2),加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锌。

3.8 铅标准贮存溶液:准确称取 0.250 0 g 纯金属铅 [ $w(\text{Pb}) \geq 99.99\%$ ] 于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.2),加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含

250 μg 铅。

3.9 氧化钍标准贮存溶液:准确称取 0.100 0 g 二氧化钍 [ $w(\text{ThO}_2) \geq 99.95\%$ ],经 110 °C 烘干并冷却至室温]于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸和 0.5 mL 氢氟酸,加热溶解,加入 2 mL 高氯酸蒸发至冒白烟直至湿盐状,冷却,用盐酸(1+2)溶解移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸(1+2)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 二氧化钍。

3.10 铟标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 金属铟 [ $w(\text{In}) \geq 99.9\%$ ]于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(1+1),置于水浴上加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铟。

3.11 铯标准贮存溶液:准确称取 1.266 8 g 氯化铯 [ $w(\text{Cs}) \geq 99.99\%$ ],在 110 °C 烘干过]于 250 mL 烧杯中,加少量水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铯。

3.12 混合标准溶液:分别移取 1.00 mL 铝标准贮存溶液(3.4),1.00 mL 锰标准贮存溶液(3.5),0.50 mL 镍标准贮存溶液(3.6),1.60 mL 锌标准贮存溶液(3.7),0.40 mL 铅标准贮存溶液(3.8),3.00 mL 氧化钍标准贮存溶液(3.9),于 1 000 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 分别含 1 μg 铝、1 μg 锰、0.1 μg 镍、1.6 μg 锌、0.1 μg 铅、3 μg 二氧化钍。

3.13 混合内标溶液:分别移取 1.00 mL 铟标准贮存溶液(3.10)和 1.00 mL 铯标准贮存溶液(3.11)于 1 000 mL 容量瓶中,加入 100 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 分别含 1 μg 铟、1 μg 铯。

3.14 氩气 [ $w(\text{Ar}) \geq 99.99\%$ ]。

#### 4 仪器

电感耦合等离子体质谱仪:质量分辨率优于  $(0.8 \pm 0.1)\text{amu}$ 。

#### 5 试样

5.1 氯化稀土试样的制备:将试样破碎,迅速置于称量瓶中,立即称量。

5.2 碳酸轻稀土试样的制备:试样开封后立即称量。

#### 6 分析步骤

##### 6.1 试料

按表 2 称取试样(5),精确至 0.000 1 g。

表 2

待测元素含量范围(质量分数)/%	试样量/g
0.000 1~0.10	2.00
>0.10~0.30	1.00

##### 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 空白试验

随同试料做空白试验。

##### 6.4 分析试液的制备

6.4.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 水、5 mL 硝酸(3.1),低温加热至试样溶解完全(如果试料溶解不完全,可加入 1 mL~2 mL 过氧化氢),冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 移取 1.00 mL 试液(6.4.1)于 100 mL 容量瓶中,加入 1.00 mL 混合内标溶液(3.13),以硝酸

(3.3) 稀释至刻度,混匀。

### 6.5 标准系列溶液的配制

分别移取混合标准溶液(3.12)0 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL于一组100 mL容量瓶中,分别加入1.00 mL混合内标溶液(3.13),以硝酸(3.3)稀释至刻度,混匀。配成系列标准溶液见表3。

表 3

标准溶液编号	各被测元素质量浓度/(ng/mL)					
	Al	Mn	Ni	Zn	Pb	ThO <sub>2</sub>
1	0	0	0	0	0	0
2	25.0	25.0	2.5	40.0	2.5	75.0
3	50.0	50.0	5.0	80.0	5.0	150.0
4	100.0	100.0	10.0	160.0	10.0	300.0

### 6.6 测定

#### 6.6.1 测量元素同位素质量数见表4。

表 4

元 素	测定同位素的质量数	元 素	测定同位素的质量数
Al	27	Mn	55
Ni	60	Zn	66
Pb	208	Th	232
Cs	133	In	115

6.6.2 将空白试验溶液(6.3)、分析试液(6.4.2)与标准系列溶液(6.5)同时进行氦等离子体质谱测定。将标准系列溶液(6.5)的浓度直接输入计算机,用内标法校正,由计算机计算输出空白试验溶液(6.3)、分析试液(6.4)中待测元素的浓度。

### 7 分析结果的计算与表述

按式(1)计算被测元素的质量分数(%):

$$w(X) = \frac{(\rho_1 - \rho_0)V_2V_0k \times 10^{-9}}{mV_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\rho_0$ ——计算机输出的空白试验溶液(6.3)中待测元素的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

$\rho_1$ ——计算机输出的分析试液(6.4)中待测元素的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

$V_0$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——分析试液(6.4)的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料的质量,单位为克(g);

$k$ ——各元素其氧化物与单质的换算系数,见表5。

表 5

元素	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /2Al	MnO/Mn	NiO/Ni	ZnO/Zn	PbO/Pb
$k$	1.889 5	1.291 2	1.272 8	1.244 7	1.077 2

### 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6数据采用线性内插法求得。

表 6

氧化物	质量分数/%	重复性限( $r$ )/%	氧化物	质量分数/%	重复性限( $r$ )/%
氧化铝	0.018	0.002 5	氧化锰	0.024	0.004
	0.045	0.003		0.035	0.006
	0.10	0.01		0.086	0.006
氧化镍	0.003 2	0.000 4	氧化锌	0.072	0.006
	0.006 5	0.000 4		0.10	0.007
	0.010	0.001		—	—
氧化铅	0.003 2	0.000 2	氧化钍	0.010	0.001
	0.005 5	0.000 3		0.10	0.007
	0.008 5	0.000 5		0.20	0.02

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7所列允许差。

表 7

氧化物	质量分数/%	允许差/%	氧化物	质量分数/%	允许差/%
氧化铝	0.002 0~0.010	0.003 0	氧化锰	0.001 0~0.010	0.001 0
	>0.010~0.050	0.006		>0.010~0.050	0.005
	>0.050~0.10	0.010		>0.050~0.10	0.008
氧化镍	0.001 0~0.003 0	0.000 4	氧化锌	0.010~0.10	0.025
	>0.003 0~0.005 0	0.000 6		>0.10~0.20	0.04
	>0.005 0~0.010	0.001 0	氧化钍	0.000 5~0.005	0.000 5
氧化铅	0.001 0~0.003 0	0.000 4		>0.005~0.020	0.001
	>0.003 0~0.005 0	0.000 6		>0.020~0.10	0.010
	>0.005 0~0.010	0.000 8		>0.10~0.30	0.02

## 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)校核一次本部分分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。