



中华人民共和国国家标准

GB/T 18115.10—2006
代替 GB/T 18115.9—2000

稀土金属及其氧化物中稀土杂质

化学分析方法

免费标准网(www.freebz.net)

钬中镧、铈、镨、钆、钇、铈、钕、钐、铕、镱、铽、镱和钇量的测定

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

Holmium—Determination of lanthanum, cerium, praseodymium,
neodymium, samarium, europium, gadolinium, terbium, dysprosium,
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 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本部分代替 GB/T 18115.9—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钬中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钇、氧化铈、氧化镧、氧化钇、氧化铈、氧化镧、氧化钇、氧化铈、氧化镧和氧化钇量》，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，增加了 6 条参考谱线，分别为：Sm443.432 nm、Gd354.936 nm、Tb370.392 nm、Er369.265 nm、Tm313.126 nm、Yb369.419 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。

两个方法分析范围有重叠部分时，以方法 2 作为仲裁方法。

本部分由国家发展和改革委员会稀土办公室提出。

本部分由全国稀土标准化技术委员会归口并负责解释。

本部分由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负责起草。

本部分方法 1 由北京有色金属研究总院起草。

本部分方法 1 由宜兴新威利成稀土有限公司、湖南升华稀土金属材料有限责任公司参加起草。

免费标准网(www.freebz.net)

本部分方法 1 主要验证人：关敏、许彩云、郭海牛、王玉央。

本部分方法 2 由北京有色金属研究总院起草。

本部分方法 2 由包头稀土研究院、内蒙古包钢稀土科技股份有限公司参加起草。

本部分方法 2 主要起草人：胡小蒙、伍星。

本部分方法 2 主要验证人：郝冬梅、张翼明、杨宁、于晶雪。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 18115.9—2000。

稀土金属及其氧化物中稀土杂质 化学分析方法

钪中镧、铈、镨、钆、铽、镱、镱、钪、镱、铟、铪和钇量的测定

电感耦合等离子体光谱法(方法 1)

1 范围

本方法规定了氧化钪中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化铽、氧化镱、氧化镱、氧化钪、氧化铟、氧化铪、氧化铟、氧化铪和氧化钇含量的测定方法。

本方法适用于氧化钪中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化铽、氧化镱、氧化镱、氧化钪、氧化铟、氧化铪、氧化铟、氧化铪和氧化钇含量的测定。测定范围见表 1。

本方法也适用于金属钪中镧、铈、镨、钆、铽、镱、镱、钪、铟、铪、铟、铪和钇含量的测定。

免费标准网(www.freebz.net)

氧化物	质量分数/%	氧化物	质量分数/%
氧化镧	0.002 0~0.100	氧化铽	0.005 0~0.200
氧化铈	0.005 0~0.100	氧化镱	0.005 0~0.200
氧化镨	0.005 0~0.100	氧化铟	0.005 0~0.200
氧化钆	0.005 0~0.100	氧化铪	0.002 0~0.200
氧化铽	0.005 0~0.100	氧化铟	0.002 0~0.200
氧化镱	0.002 0~0.100	氧化钪	0.002 0~0.100
氧化镱	0.005 0~0.200	氧化钇	0.005 0~0.200

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 氧化钪基体溶液:称取 25.000 0 g 经 900℃ 灼烧 1 h 的氧化钪(>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 氧化钪。

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 μg 和1 mL含10 μg 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 μg 和1 mL含10 μg 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 μg 和1 mL含10 μg 氧化镨的标准溶液。

3.10 氧化钆标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化钆(>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 氧化钆。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg 和1 mL含10 μg 氧化钆的标准溶液。

3.11 氧化铽标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化铽(>99.99%),置于100 mL烧杯中,加10 mL盐酸(3.2),低温加热溶解至清亮,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。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg 和1 mL含10 μg

免费标准网(www.freebz.net)

3.12 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(3.2),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。

3.13 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 μg 和1 mL含10 μg 氧化铈的标准溶液。

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 μg 和1 mL含10 μg 氧化铈的标准溶液。

3.15 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 μg 和1 mL含10 μg 氧化镨的标准溶液。

3.16 氧化钆标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化钆(>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 氧化钆。再将此溶液用盐酸(3.3)稀释成1 mL含100 μg 和1 mL含10 μg 氧化钆的标准溶液。

3.17 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 μg 和1 mL含10 μg 氧化铈的标准溶液。

3.18 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。

3.19 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(3.2),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。

3.20 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。

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 光源:氩等离子体光源。

5 试样

5.1 金属试样应去油污并用氧化法,取待测元素。

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0.500 g试样(5.1),精确至0.000 1 g。

6.1.2 金属试料

称取0.436 g试样(5.2),精确至0.000 1 g。

6.2 测定次数

称取二份试料,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

将氧化钪基体溶液(3.6)和各稀土氧化物标准溶液(3.7~3.20)按表2分别移入5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/(μg/mL)							
	氧化钪	氧化镧	氧化铈	氧化镨	氧化铈	氧化钆	氧化铈	氧化钇
1	5 000	0	0	0	0	0	0	0
2	5 000	0.20	—	—	—	—	0.20	—
3	5 000	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
4	5 000	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	2.00
5	5 000	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00

表 2(续)

标液 标号	各稀土(以氧化物计)质量浓度/($\mu\text{g}/\text{mL}$)						
	氧化铈	氧化铈	氧化钪	氧化钇	氧化镱	氧化镨	氧化钕
1	0	0	0	0	0	0	0
2	—	—	—	0.20	0.20	0.20	—
3	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
4	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
5	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00

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	370.285,370.392
Ce	413.380	Dy	394.468
Pr	390.844	Er	337.271,369.265
Nd	430.358	Tm	376.133,313.126
Sm	368.670,445.120	Yb	368.670,368.110
Eu	388.871	Lu	388.871
Gd	336.224,354.936	Y	371.030

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)同时进行氦等离子体光谱测定。

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(%):

$$\omega(X) = \frac{k \cdot c \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

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($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

表 4

元 素	k	元 素	k
La	0.852 6	Tb	0.850 2
Ce	0.814 0	Dy	0.871 3
Pr	0.827 7	Er	0.874 5
Nd	0.857 3	Tm	0.875 6
Sm	0.862 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	0.001 1	0.000 5	氧化铯	0.005 2	0.001 0
	0.005 1	0.001 3		0.010	0.002
	0.049	0.003		0.098	0.005
	0.097	0.008		0.20	0.02
氧化铈	0.005 2	0.001 0	氧化镨	0.005 9	0.001 0
	0.052	0.003		0.012	0.002
	0.10	0.01		0.11	0.01
	—	—		0.20	0.02
	0.004 9	0.001 0		0.005 0	0.001 0
氧化铈	0.095	0.006	氧化铈	0.095	0.008
	—	—		0.16	0.02
氧化铈	0.005 3	0.001 0	氧化铈	0.004 9	0.001 0
	0.046	0.003		0.010	0.002
	0.092	0.005		0.10	0.01
	—	—		0.19	0.02
氧化钆	0.004 5	0.001 0	氧化铈	0.004 8	0.001 0
	0.046	0.002		0.010	0.002
	0.093	0.01		0.099	0.005
	—	—		0.21	0.02
氧化铈	0.001 1	0.000 5	氧化铈	0.001 2	0.000 5
	0.005 1	0.001 0		0.005 8	0.001 1
	0.050	0.003		0.052	0.004
	0.098	0.005		0.098	0.011
氧化钆	0.004 6	0.001 0	氧化铈	0.005 5	0.001 0
	0.009 9	0.001 5		0.009 8	0.001 5
	0.096	0.010		0.098	0.010
	0.19	0.02		0.18	0.02

注:重复性限(r)为 $2.8 \times S_r$, S_r 为重复性标准差。

免费标准网(www.freebz.net)

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。

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(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

12.4 硝酸(1+1)。

12.5 硝酸(1+19)。

12.6 铯内标溶液:称取0.127 0 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 μ 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 μ 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 μ 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

免费标准网(www.freebz.net)

匀。此溶液1 mL含1 000 μ g氧化镨。

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 μ g氧化钕。

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 μ g氧化钐。

12.12 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),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 μ g氧化铈。

12.13 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 μ g氧化钐。

12.14 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),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 μ g氧化铈。

12.15 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,混匀。此溶液1 mL含1 000 μ g氧化镨。

12.16 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 μ g氧化钕。

12.17 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 μg氧化铥。

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,混匀。此溶液1 mL含1 000 μg氧化镨。

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7 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

免费标准网(www.freebz.net)

14.1 氧化物试样于900℃灼烧1 h,置于干燥器中,冷却至室温,立即称量。

14.2 金属试样去掉表面氧化层,取样后,立即称量。

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	溶液总体积/mL
0.000 1~0.010	0.25	50
>0.010~0.10	0.1	100

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,取下冷却,按表8移入相应的容量瓶中,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5.0 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	Dy	161
Ce	140	Er	168
Pr	141	Tm	169
Nd	146	Yb	174
Sm	147	Lu	175
Eu	153	Y	89
Gd	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(15.3)溶液、分析试液(15.4)中待测元素的质量浓度。

按式(2)计算被测稀土元素的质量分数(%):

免费标准网(www.freebz.net)

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 6	0.000 1	氧化镨	0.000 4	0.000 1
	0.005 0	0.000 5		0.004 9	0.000 5
	0.047	0.004		0.048	0.004
氧化铈	0.000 5	0.000 1	氧化钕	0.000 1	0.000 1
	0.005 0	0.000 5		0.005 1	0.000 5
	0.049	0.004		0.049	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)/%
氧化钪	0.000 4	0.000 1	氧化铟	0.000 5	0.000 1
	0.005 0	0.000 5		0.010	0.001
	0.049	0.004		0.095	0.008
氧化铈	0.000 7	0.000 1	氧化铊	0.000 5	0.000 1
	0.005 0	0.000 5		0.010	0.001
	0.049	0.005		0.097	0.008
氧化钇	0.000 4	0.000 1	氧化镱	0.000 9	0.000 2
	0.009 4	0.000 8		0.010	0.001
	0.088	0.007		0.10	0.008
氧化铋	0.000 6	0.000 1	氧化镥	0.000 4	0.000 1
	0.010	0.001		0.006 5	0.000 7
	0.095	0.008		0.050	0.005
氧化镧	0.000 8	0.000 2	氧化铕	0.001 6	0.000 3
	0.009 5	0.001 0		0.010	0.001
	0.096	0.008		0.095	0.008

免费标准网(www.freebz.net)

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/%	氧化物	质量分数/%	允许差/%
氧化镧			氧化铋	0.000 1 ~ 0.000 3	0.000 1
氧化铈	0.000 1 ~ 0.000 3	0.000 1	氧化镧	> 0.000 3 ~ 0.001 0	0.000 2
氧化镨	> 0.000 3 ~ 0.001 0	0.000 2	氧化铟	> 0.001 0 ~ 0.003 0	0.000 5
氧化铈	> 0.001 0 ~ 0.003 0	0.000 5	氧化铊	> 0.003 0 ~ 0.008 0	0.001 0
氧化钪	> 0.003 0 ~ 0.008 0	0.001 0	氧化铊	> 0.008 0 ~ 0.020	0.002
氧化铈	> 0.008 0 ~ 0.020	0.002	氧化镱	> 0.020 ~ 0.050	0.005
氧化铈	> 0.020 ~ 0.050	0.005	氧化铕	> 0.050 ~ 0.100	0.010
氧化镧					

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
钪 中 镧、铈、镨、钆、铈、钕、钐、铽、铈、
镨、钕、铈、镨和钆量的测定
GB/T 18115.10—2006

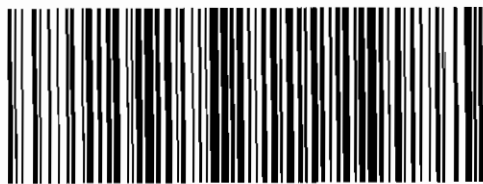
*
中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号
邮 政 编 码：100045

网 址 www.bzcs.com
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：155066·1-27852 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 18115.10-2006