

ICS 77.120.99
H 14



中华人民共和国国家标准

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

GB/T 18115.9—2006

稀土金属及其氧化物中稀土杂质 化学分析方法

镝中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、 铈、铟、铪、铌、钽和钷量的测定

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

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
镝中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、
铈、铟、铪、铌、钽和钷量的测定
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.bzcb.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

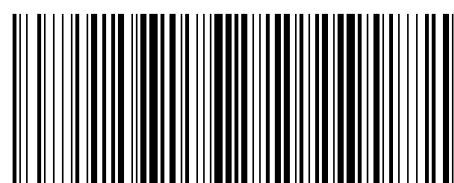
*

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

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

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	氧化钪	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	氧化铈	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
氧化铕	0.000 3	0.000 1	氧化铈	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
氧化钆	0.000 4	0.000 1	氧化镨	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
氧化铽	0.000 5	0.000 1	氧化钇	0.000 3	0.000 1
	0.011	0.000 5		0.007 0	0.000 4
	0.064	0.004		0.059	0.003

注：重复性限(r)为 $2.8 \times Sr$, Sr 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、氧化钆、 氧化铕、氧化钇、氧化铈、氧化铈、 氧化铈、氧化铈、氧化铈、氧化铈	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。

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镧中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化钆、氧化铕、氧化钇、氧化铈、氧化铈、氧化铈、氧化铈、氧化铈、氧化铈和氧化钇量》,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、钆由 428.079 nm 修改为 442.434 nm、铈由 393.048 nm 修改为 381.967 nm、铈由 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、钕 509.280 nm、钆 385.098 nm、铈 332.440 nm、钆 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。

本标准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。

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

14.1 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
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。

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、钕、钐、铕、钆、铈、 钪、铟、铊、铋、镱和铪量的测定

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、氧化钕、氧化钐、氧化铕、氧化钆、氧化铈、氧化钪、氧化铟、氧化铊、氧化铋、氧化镱和氧化铪含量的测定方法。

本方法适用于氧化镨中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化钐、氧化铕、氧化钆、氧化铈、氧化钪、氧化铟、氧化铊、氧化铋、氧化镱和氧化铪含量的测定。测定范围见表1。

本方法也适用于金属镨中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铈、钪、铟、铊、铋、镱和铪含量的测定。

表 1

氧化物	质量分数/%	氧化物	质量分数/%
氧化镧	0.001 0~0.100	氧化铈	0.005 0~0.100
氧化铈	0.005 0~0.100	氧化钕	0.001 0~0.100
氧化镨	0.005 0~0.100	氧化钐	0.001 0~0.100
氧化钕	0.001 0~0.100	氧化铕	0.001 0~0.100
氧化钐	0.001 0~0.100	氧化钆	0.001 0~0.100
氧化铕	0.001 0~0.100	氧化铈	0.001 0~0.100
氧化钆	0.002 0~0.100	氧化镨	0.001 0~0.100
		氧化钪	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