



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 18115.14—2010

GB/T 18115.14—2010

## 稀土金属及其氧化物中稀土杂质 化学分析方法

### 第14部分：镱中镧、铈、镨、钕、钐、铕、 钆、铽、镱、铟、铪、铌和钽量的测定

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

Part 14: Ytterbium—Determination of lanthanum, cerium, praseodymium,  
neodymium, samarium, europium, gadolinium, terbium, dysprosium,  
holmium, erbium, thulium, 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  
第14部分：镱中镧、铈、镨、钕、钐、铕、  
钆、铽、镱、铟、铪、铌和钽量的测定  
GB/T 18115.14—2010

\*  
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.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

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 24 千字  
2011年6月第一版 2011年6月第一次印刷

\*  
书号：155066·1-42514 定价 18.00 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 18115.14—2010

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

16 分析结果的计算和表述

将标准系列溶液(15.5)的质量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溶液(15.3)、分析试液(15.4)中待测元素的质量浓度。

按式(2)计算被测稀土氧化物的质量分数(%):

$$w(X) = \frac{k \cdot (\rho - \rho_0) \cdot V_2 \cdot V_0 \times 10^{-9}}{m \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- k——各元素单质与其氧化物的换算系数,见表5。计算氧化物含量时,k=1;
- ρ——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);
- ρ<sub>0</sub>——计算机输出的空白试验(15.3)中待测元素的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V<sub>2</sub>——试液测定的体积(15.4),单位为毫升(mL);
- V<sub>0</sub>——试液总体积,单位为毫升(mL);
- V<sub>1</sub>——分取试液的体积,单位为毫升(mL);
- m——试料的质量,单位为克(g)。

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11数据采用线性内插法求得;超过表11中含量的测定值,其重复性限(r)用外推法计算求得。

表 11

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 06	0.000 05	氧化铈	0.000 12	0.000 05
	0.000 6	0.000 2		0.000 6	0.000 2
	0.005 1	0.000 5		0.005 0	0.000 5
	0.009 8	0.000 9		0.010 0	0.000 9
氧化铈	0.000 02	0.000 05	氧化镨	0.000 13	0.000 05
	0.000 6	0.000 2		0.000 7	0.000 2
	0.005 0	0.000 5		0.005 2	0.000 5
	0.010 0	0.000 9		0.010 0	0.000 9
氧化镨	0.000 13	0.000 05	氧化钕	0.000 13	0.000 05
	0.000 6	0.000 2		0.000 6	0.000 2
	0.005 0	0.000 5		0.005 0	0.000 5
	0.010 1	0.000 9		0.010 0	0.000 9
氧化钕	0.000 13	0.000 05	氧化钐	0.000 15	0.000 05
	0.000 6	0.000 2		0.000 6	0.000 2
	0.005 1	0.000 5		0.005 1	0.000 5
	0.010 0	0.000 9		0.010 0	0.000 9
氧化钐	0.000 14	0.000 05	氧化铕	0.000 88	0.000 3
	0.000 6	0.000 2		0.001 5	0.000 4
	0.005 1	0.000 5		0.005 8	0.000 6
	0.010 0	0.000 9		0.010 7	0.001 1

前 言

GB/T 18115《稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法》共分 15 个部分:

- 第 1 部分:镧中铈、镨、钕、钐、钆、铽、镱、铈、铉、铊、铋和钷量的测定;
- 第 2 部分:铈中镧、镨、钕、钐、钆、铽、镱、铈、铉、铊、铋和钷量的测定;
- 第 3 部分:镨中镧、铈、钕、钐、钆、铽、镱、铈、铉、铊、铋和钷量的测定;
- 第 4 部分:钕中镧、铈、镨、钐、钆、铽、镱、铈、铉、铊、铋和钷量的测定;
- 第 5 部分:钐中镧、铈、镨、钕、钐、钆、铽、镱、铈、铉、铊、铋和钷量的测定;
- 第 6 部分:钐中镧、铈、镨、钕、钐、钆、铽、镱、铈、铉、铊、铋和钷量的测定;
- 第 7 部分:钐中镧、铈、镨、钕、钐、钆、铽、镱、铈、铉、铊、铋和钷量的测定;
- 第 8 部分:铈中镧、铈、镨、钕、钐、钆、铽、镱、铈、铉、铊、铋和钷量的测定;
- 第 9 部分:镨中镧、铈、镨、钕、钐、钆、铽、镱、铈、铉、铊、铋和钷量的测定;
- 第 10 部分:钕中镧、铈、镨、钕、钐、钆、铽、镱、铈、铉、铊、铋和钷量的测定;
- 第 11 部分:铈中镧、铈、镨、钕、钐、钆、铽、镱、铈、铉、铊、铋和钷量的测定;
- 第 12 部分:钐中镧、铈、镨、钕、钐、钆、铽、镱、铈、铉、铊、铋和钷量的测定;
- 第 13 部分:铈中镧、铈、镨、钕、钐、钆、铽、镱、铈、铉、铊、铋和钷量的测定;
- 第 14 部分:铈中镧、铈、镨、钕、钐、钆、铽、镱、铈、铉、铊、铋和钷量的测定;
- 第 15 部分:钐中镧、铈、镨、钕、钐、钆、铽、镱、铈、铉、铊、铋和钷量的测定。

本部分为第 14 部分。

两个方法分析范围有重叠部分时,以方法 2 作为仲裁方法。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

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 由江阴加华新材料资源有限公司起草。

本部分方法 1 由包头稀土研究院、广东珠江稀土有限公司参加起草。

本部分方法 1 主要起草人:倪菊华、陈璐、姚京璧。

本部分方法 1 主要参加起草人:崔爱端、刘晓杰、宋耀、林志阳。

本部分方法 2 由江阴加华新材料资源有限公司起草。

本部分方法 2 由包头稀土研究院、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:何凤娟、倪菊华、张恣。

本部分方法 2 主要参加起草人:杜梅、张立锋、李继东、王长华、杨萍。

$w(\text{REO}) > 99.5\%$ ]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  $\mu\text{g}$  氧化镨。

12.10 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[ $w(\text{Nd}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) > 99.5\%$ ]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,用水稀至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000  $\mu\text{g}$  氧化钕。

12.11 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[ $w(\text{Sm}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) > 99.5\%$ ]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,用水稀至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000  $\mu\text{g}$  氧化钐。

12.12 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[ $w(\text{Eu}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) > 99.5\%$ ],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,用水稀至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000  $\mu\text{g}$  氧化铈。

12.13 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[ $w(\text{Gd}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) > 99.5\%$ ]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,用水稀至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000  $\mu\text{g}$  氧化钐。

12.14 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[ $w(\text{Tb}_4\text{O}_7/\text{REO}) > 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) > 99.5\%$ ],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,用水稀至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000  $\mu\text{g}$  氧化铽。

12.15 氧化镝标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900  $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化镝[ $w(\text{Dy}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) > 99.5\%$ ]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,用水稀至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000  $\mu\text{g}$  氧化镝。

12.16 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[ $w(\text{Ho}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) > 99.5\%$ ]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,用水稀至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000  $\mu\text{g}$  氧化钇。

12.17 氧化铒标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900  $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化铒[ $w(\text{Er}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) > 99.5\%$ ]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,用水稀至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000  $\mu\text{g}$  氧化铒。

12.18 氧化铥标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900  $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化铥[ $w(\text{Tm}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) > 99.5\%$ ]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,用水稀至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000  $\mu\text{g}$  氧化铥。

12.19 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[ $w(\text{Lu}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) > 99.5\%$ ],置于100 mL烧杯中,加10 mL硝酸(12.4),低温加热至溶解,取下冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 000  $\mu\text{g}$  氧化镱。

12.20 氧化铪标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900  $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化铪[ $w(\text{Y}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) > 99.5\%$ ],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  $\mu\text{g}$  氧化铪。

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),用水稀至刻度,混匀。此溶液1 mL含20.0  $\mu\text{g}$  各单一稀土氧化物。再将此溶液用硝酸(12.5)逐步稀释成1 mL含各单一稀土氧化物分别为1.00  $\mu\text{g}$  的标准溶液。

12.22 氩气[ $w(\text{Ar}) > 99.99\%$ ]。

### 13 仪器

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

## 稀土金属及其氧化物中稀土杂质 化学分析方法 第14部分:镱中镧、铈、镨、钕、钐、铈、铽、镝、钇、铒、铥、镱和铪量的测定

### 方法1 电感耦合等离子体光谱法

#### 1 范围

GB/T 18115的本部分方法1规定了氧化镱中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化钐、氧化铈、氧化铽、氧化镝和氧化铪含量的测定方法。

本部分方法1适用于氧化镱中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化钐、氧化铈、氧化铽、氧化镝、氧化铪、氧化铥、氧化铒、氧化铥和氧化铪含量的测定。测定范围见表1。

本部分方法1也适用于金属镱中镧、铈、镨、钕、钐、铈、铽、镝、钇、铒、铥、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	0.000 3~0.15	氧化铈	0.000 3~0.15
氧化铈	0.000 3~0.15	氧化镨	0.000 3~0.15
氧化镨	0.000 3~0.15	氧化钕	0.000 3~0.15
氧化钕	0.000 3~0.15	氧化钐	0.000 3~0.15
氧化钐	0.000 5~0.15	氧化铈	0.000 5~0.15
氧化铈	0.000 3~0.15	氧化铽	0.000 5~0.15
氧化铈	0.000 5~0.15	氧化镝	0.000 5~0.15
氧化铈	0.000 5~0.15	氧化铪	0.000 3~0.15

#### 2 方法原理

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 试剂和材料

3.1 过氧化氢( $\rho 1.44\text{ g/mL}$ ),优级纯。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 盐酸(1+19)。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 氧化镱基体溶液:称取25.000 0 g经900  $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化镱[ $w(\text{Yb}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.999\%$ ,  $w(\text{REO}) > 99.5\%$ ],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氧化镱。

3.6 氧化镧标准贮存溶液:称取0.100 0 g经900  $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化镧[ $w(\text{La}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$ ,  $w(\text{REO}) > 99.5\%$ ],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。