



中华人民共和国国家标准

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

GB/T 18115.10—2006

稀土金属及其氧化物中稀土杂质 化学分析方法

钬中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、 镱、铟、铪、铌、钽和钷量的测定

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

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
钬中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、
镱、铟、铪、铌、钽和钷量的测定
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.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

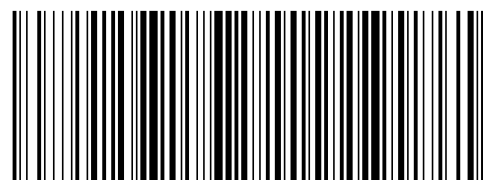
*
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 22 千字
2006年9月第一版 2006年9月第一次印刷

*
书号: 155066·1-27852 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

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)/%
氧化钪	0.000 4	0.000 1	氧化铈	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	氧化铈	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	氧化铈	0.000 9	0.000 2
	0.009 4	0.000 8		0.010	0.001
	0.088	0.007		0.10	0.008
氧化铈	0.000 6	0.000 1	氧化镨	0.000 4	0.000 1
	0.010	0.001		0.006 5	0.000 7
	0.095	0.008		0.050	0.005
氧化镨	0.000 8	0.000 2	氧化钇	0.001 6	0.000 3
	0.009 5	0.001 0		0.010	0.001
	0.096	0.008		0.095	0.008

注：重复性限(r)为 $2.8 \times S_r$, S_r 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/%	氧化物	质量分数/%	允许差/%
氧化镧	0.000 1 ~ 0.000 3 > 0.000 3 ~ 0.001 0 > 0.001 0 ~ 0.003 0 > 0.003 0 ~ 0.008 0 > 0.008 0 ~ 0.020 > 0.020 ~ 0.050	0.000 1 0.000 2 0.000 5 0.001 0 0.002 0.005	氧化铈	0.000 1 ~ 0.000 3	0.000 1
氧化铈			> 0.000 3 ~ 0.001 0	0.000 2	
氧化镨			> 0.001 0 ~ 0.003 0	0.000 5	
氧化钪			> 0.003 0 ~ 0.008 0	0.001 0	
氧化铈			> 0.008 0 ~ 0.020	0.002	
氧化钇			> 0.020 ~ 0.050	0.005	
氧化镨			> 0.050 ~ 0.100	0.010	
氧化铈			> 0.000 3 ~ 0.001 0	0.000 2	
氧化镨			> 0.001 0 ~ 0.003 0	0.000 5	
氧化铈			> 0.003 0 ~ 0.008 0	0.001 0	
氧化铈	> 0.008 0 ~ 0.020	0.002			
氧化铈	> 0.020 ~ 0.050	0.005			
氧化钇	> 0.050 ~ 0.100	0.010			

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 18115.9—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钪中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钪、氧化铈、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,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。

本部分方法 1 主要起草人:刘鹏宇、童坚、江红、杨萍。

本部分方法 1 主要验证人:吴敏、许彩云、郭海军、王玉英。

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。

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 $^{\circ}\text{C}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ 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 \pm 0.1)amu。

14 试样

14.1 氧化物试样于900 $^{\circ}\text{C}$ 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。

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、钇、铈、镉、钕、钐、铈、镱、铟、铪、铌和钽量的测定

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、氧化钇、氧化铈、氧化镉、氧化钕、氧化钐、氧化铈、氧化铟、氧化铪、氧化铌和氧化钽含量的测定方法。

本方法适用于氧化钪中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钇、氧化铈、氧化镉、氧化钕、氧化钐、氧化铈、氧化铟、氧化铪、氧化铌和氧化钽含量的测定。测定范围见表1。

本方法也适用于金属钪中镧、铈、镨、钆、钇、铈、镉、钕、钐、铈、铟、铪、铌和钽含量的测定。

表 1

氧化物	质量分数/%	氧化物	质量分数/%
氧化镧	0.002 0~0.100	氧化铈	0.005 0~0.200
氧化铈	0.005 0~0.100	氧化镨	0.005 0~0.200
氧化镨	0.005 0~0.100	氧化钆	0.005 0~0.200
氧化钆	0.005 0~0.100	氧化钇	0.002 0~0.200
氧化钇	0.005 0~0.100	氧化铈	0.002 0~0.200
氧化钐	0.002 0~0.100	氧化镉	0.002 0~0.100
氧化铈	0.005 0~0.200	氧化钕	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 $^{\circ}\text{C}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧1 h的氧化镧(>99.99%),置于100 mL烧杯