

国家市场监督管理总局

**中国国家标准化管理委员会** 发布

**201X-XX-XX 实施**

**201X-XX-XX发布**

稀土金属及其氧化物中稀土杂质

化学分析方法

铈中镧、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定

Chemical analysis methods of rare earth impurities

in rare earth metals and their oxides

Cerium—Determination of lanthanum, praseodymium, neodymium,

samarium, europium, gadolinium, terbium, dysprosium, holmium, erbium,

thulium, ytterbium, lutetium and yttrium conternts

（送审稿）

**GB/T 18115.2—201X**

代替GB/T 18115.2—2006

**中华人民共和国国家标准**

ICS 77.120.99

H 14

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009规则起草。

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

――第1部分：镧中铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定；

――第2部分：铈中镧、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定；

――第3部分：镨中镧、铈、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定；

――第4部分：钕中镧、铈、镨、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定；

――第5部分：钐中镧、铈、镨、钕、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定；

――第6部分：铕中镧、铈、镨、钕、钐、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定；

――第7部分：钆中镧、铈、镨、钕、钐、铕、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定；

――第8部分：铽中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定；

――第9部分：镝中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定；

――第10部分：钬中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、铒、铥、镱、镥和钇量的测定；

――第11部分：铒中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铥、镱、镥和钇量的测定；

――第12部分：钇中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱和镥量的测定；

――第13部分：铥中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、镱、镥和钇量的测定；

――第14部分：镱中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镥和钇量的测定；

――第15部分：镥中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铥、铒、镱和钇量的测定；

本部分为第2部分。

本部分代替GB/T 18115.2—2006《稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法 铈中镧、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定》。本部分包含2个分析方法，方法1电感耦合等离子体原子发射光谱法，方法2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。

本部分与GB/T 18115.2—2006相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——修改硝酸（1+19）为硝酸（1+49）；

——修改盐酸淋洗液（0.015mol/L）为盐酸淋洗液（0.0075mol/L）；

——修改所有稀土标准样品（>99.99%）,详见3.13~3.27；

——修改试样，将原“氧化物试样于900℃烘干1 h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量”。修改为“氧化物试样于105℃烘干1 h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量”；

——测定范围：氧化镧、氧化镨、氧化钕由“0.0001%~0.030%”调整为“0.00005%~0.030%”；

氧化钆、氧化铽由“0.0001%~0.010%”调整为“0.00005%~0.010%”；

其他由“0.0001%~0.010%”调整为“0.00002%~0.010%”；

——修改试料：“稀土杂质（质量分数）0.0001%~0.0050%,试样量0.25g”修改为“稀土杂质（质量分数）0.00002%~0.0050%,试样量0.25g”；

——修改直接测定用分析试液的制备,将“用水稀释至刻度”，修改为“用硝酸（3.8）稀释至刻度”；

——修改基体分离，将“用洗脱液（3.11）洗脱7min，将富集在分离柱上的钆和铽洗脱出来，分离液收集于10mL比色管中”修改为“用洗脱液（3.11）洗脱20min，将富集在分离柱上的钆和铽洗脱出来，分离液收集于25mL比色管中”；

——测定钆和铽用试液的制备，将“于收集分离液的10mL比色管中，加入0.5mL铯内标溶液（3.12），以水稀释至刻度，混匀。”修改为“于收集分离液的25mL比色管中，加入1.25mL铯内标溶液（3.12），以水稀释至刻度，混匀”；

——增加“基体分离制备钆和铽试液”方法；

——修改了方法2中重复性和允许差。

本部分由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口。

本部分方法 1 xxxx负责起草；

本部分方法 1 xxxx参加起草；

本部分方法 1主要起草人：×××、×××、×××、×××。

本部分方法 1主要验证人：×××、×××、×××、×××。

本部分方法 2 由北方稀土（集团）高科技股份有限公司负责起草；

本部分方法 2 由包头稀土研究院、国标（北京）检验认证有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、江阴加华新材料资源有限公司参加起草；曹俊杰、都业俭、李淑萍。

本部分方法 2主要起草人：本部分方法 2主要验证人：包香春、鲍叶琳、张术杰、王金凤、董丽洁、王宝华、姚京碧、张鑫、田佳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

—— GB/T 18115.2—2000、GB/T 18115.2—2006。

稀土金属及其氧化物中稀土杂质

化学分析方法

铈中镧、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、

铒、铥、镱、镥和钇量的测定

电感耦合等离子体质谱法（方法2）

# 1 范围

本方法规定了氧化铈中氧化镧、氧化镨、氧化钕、氧化钐、氧化铕、氧化钆、氧化铽、氧化镝、氧化钬、氧化铒、氧化铥、氧化镱、氧化镥和氧化钇含量的测定方法。

本方法适用于氧化铈中氧化镧、氧化镨、氧化钕、氧化钐、氧化铕、氧化钆、氧化铽、氧化镝、氧化钬、氧化铒、氧化铥、氧化镱、氧化镥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铈中镧、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇含量的测定。

表 1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 氧化物 | 质量分数/% | 氧化物 | 质量分数/% |
| 氧化镧  氧化镨  氧化钕  氧化钐  氧化铕  氧化钆  氧化铽 | 0.00005 ~ 0.030  0.00005 ~ 0.030  0.00005 ~ 0.030  0.00002 ~ 0.010  0.00002 ~ 0.010  0.00005 ~ 0.010  0.00005 ~ 0.010 | 氧化镝  氧化钬  氧化铒  氧化铥  氧化镱  氧化镥  氧化钇 | 0.00002 ~ 0.010  0.00002 ~ 0.010  0.00002 ~ 0.010  0.00002 ~ 0.010  0.00002 ~ 0.010  0.00002 ~ 0.010  0.00002 ~ 0.010 |

# 2 方法原理

试样以硝酸或盐酸溶解，在稀酸介质中，以氩等离子体为离子化源，用质谱法直接测定除钆和铽以外的稀土杂质元素；钆和铽经C272微型柱分离或基体分离铈基体后，进行质谱测定。测定时均以内标法进行校正。

# 3 试剂

3.1 无水碳酸钠，基准物质。

3.2 氯化铯，优级纯。

3.3 过氧化氢（30%），优级纯。

3.4 盐酸（ρ 1.19g/mL），优级纯。

3.5 盐酸（1+99）。

3.6 硝酸（ρ 1.42g.mL），优级纯。

* 1. 硝酸（1+1）。

3.8 硝酸（1+49）。

3.9 硝酸（2+998）。

3.10硝酸银溶液（1%）。

3.11盐酸标准溶液[c（HCl）≈ 2mol/L]。

3.11.1 配制：移取350mL盐酸（3.4）置于2000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.11.2标定：称取3份2.3000g预先在300℃灼烧2h并于干燥器中冷却至室温的无水碳酸钠（3.1），分别置于3个250mL锥形瓶中，各加入50mL～60mL水、0.1mL～0.2mL甲基红-溴甲酚绿指示剂（3.12），用盐酸标准溶液（3.11）滴定至溶液由绿色变为酒红色，加热煮沸驱除二氧化碳，冷却，继续滴定至酒红色即为终点，取其平均值。平行标定所消耗盐酸标准溶液（3.11）体积的极差不应超过0.1mL。

随同标定做空白试验。

按式（1）计算盐酸标准溶液（3.11）的浓度（mol/L）：

………………………… (1)

式中：

m——碳酸钠的质量，单位为克（g）；

0.05299——与1.00mmol盐酸相当的碳酸钠的质量，单位为克每毫摩尔升（g/mmol）；

V——滴定碳酸钠消耗盐酸标准溶液（3.11）的体积，单位为毫升（mL）；

V0——滴定空白溶液消耗盐酸标准溶液（3.11）的体积，单位为毫升（mL）。

3.12甲基红-溴甲酚绿指示液：一份甲基红乙醇溶液（2g/L）与三份溴甲酚绿乙醇溶液（1g/L）混合。

3.13 盐酸淋洗液（0.0075mol/L）：用盐酸标准溶液（3.11）稀释。

3.14 盐酸洗脱液（0.50mol/L）：用盐酸标准溶液（3.11）稀释。

3.15铯内标溶液：称取0.1270g氯化铯（3.2），加10mL水，溶解完全，加10ml硝酸（3.7），移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铯。再将此溶液用硝酸（3.8）逐步稀释成1mL含1μg铯的内标溶液。

3.16 氧化镧标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化镧[*w*（La2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%]，置于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.7），低温加热至溶解完全，取下冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化镧。

3.17氧化镨标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化镨[*w*（Pr6O11/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%]，置于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.7），低温加热至溶解完全，取下冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化镨。

3.18 氧化钕标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化钕[*w*（Nd2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%]，置于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.7），低温加热至溶解完全，取下冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化钕。

3.19 氧化钐标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化钐[*w*（Sm2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%]，置于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.7），低温加热至溶解完全，取下冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化钐。

3.20 氧化铕标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化铕[*w*（Eu2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%]，置于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.7），低温加热至溶解完全，取下冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化铕。

3.21氧化钆标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化钆[*w*（Gd2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%]，置于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.7），低温加热至溶解完全，取下冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化钆。

3.22 氧化铽标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化铽[*w*（Tb4O7/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%]，置于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.7），加2mL过氧化氢（3.3），低温加热至溶解完全，取下冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化铽。

3.23 氧化镝标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化镝[*w*（Dy2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%]，置于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.7），低温加热至溶解完全，取下冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化镝。

3.24 氧化钬标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化钬[*w*（Ho2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%]，置于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.7），低温加热至溶解完全，取下冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化钬。

3.25 氧化铒标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化铒[*w*（Er2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%]，置于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.7）。低温加热至溶解完全，取下冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含1mg氧化铒。

3.26 氧化铥标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化铥[*w*（Tm2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%]，置于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.7），低温加热至溶解完全，取下冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化铥。

3.27 氧化镱标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化镱[*w*（Yb2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%]，置于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.7），低温加热至溶解完全，取下冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化镱。

3.28 氧化镥标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化镥[*w*（Lu2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%]，置于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.7），低温加热至溶解完全，取下冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化镥。

3.29 氧化钇标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化钇[*w*（Y2O3/REO）≥99.999%，*w*（REO）≥99.5%]，置于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.7），低温加热至溶解完全，取下冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化钇。

3.30 混合稀土标准溶液：分别移取2.00mL稀土氧化物标准贮存溶液（3.16～3.29）于同一100mL容量瓶中，加10mL硝酸（3.7），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含各单一稀土氧化物分别为20.0μg。再将此溶液用硝酸（3.7）稀释成1mL含各单一稀土氧化物分别为1.00μg的标准溶液。

3.31 C272微型分离柱：柱床（23mm×9mm，ID）；填料为含20%Cyanex272的负载硅球（50μm～70μm）。

3.32 负载TODGA硅藻土：硅藻土经去离子水洗3次，无水乙醇洗2次，置于烘箱中60℃烘干6 h，冷却备用。于三角瓶中加入100 g制备好的硅藻土，再加入50 mL TODGA与丙酮（1:10）的混合物，加塞震荡3 h，转移至250 mL烧杯，每30 min搅拌一次，搅拌10-12次，待丙酮挥发近干后，置于烘箱中，于40℃-50℃烘干，备用。

3.33 氩气[w（Ar）≥99.99％]。

# 4 仪器

4.1 电感耦合等离子体质谱仪：质量分辨率优于（0.8±0.1）amu。

4.2 微柱分离装置：流路见图1。将C272微型分离柱（3.32）用内径0.8mm聚四氟乙烯管连接在流路中，用3只旋转阀切换阀位，顺序完成平衡——进样——淋洗（分离基体）——洗脱——收集待测杂质元素——再生过程。

V3

V2

V1

P1

HO

R

W

W

W

CL

W

C

W

A

B

E

H

S

P2

**图1 微型柱分离富集装置流路图**

P1，P2——蠕动泵（两通道，可调速）；

V1，V2，V3——旋转阀；

CL——C272微型分离柱；

R——返回；

H——淋洗液管路；

S——取样管；

E——洗脱液管路；

C——收集液；

W——废液；

A，B——阀位；

平衡——V1A-V2A-V3A；

进样——V1B-V2A-V3A；

淋洗（分离基体）——V1A-V2A-V3A；

洗脱——V1A-V2B-V3A；

收集待测组分——V1A-V2B-V3B；

平衡（再生）——V1A-V2B-V3A。

4.3基体分离装置

4.3.1分离柱填装：取处理好的硅藻土填料（3.32），用硝酸（3.9）湿法装柱，色谱柱(内径1 cm)的有效高度为20 cm，装好后上加脱脂棉固定。

4.3.2分离柱再生：见分离柱用硝酸（3.9）淋洗至无氯离子（用1%硝酸银检验）。

# 5 试样

5.1 氧化物试样于105℃烘干1 h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

5.2 金属试样应去掉表面氧化层，取样后，立即称量。

# 6分析步骤

**6.1 试料**

按表2称取试样（5），精确至0.0001g。

表2

|  |  |
| --- | --- |
| 稀土杂质（质量分数）/% | 试样量/g |
| 0.00002～0.0050 | 0.25 |
| >0.0050～0.050 | 0.10 |

**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 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 试料溶液的制备**

将试料（6.1）置于50mL烧杯中，加入5mL水，5mL硝酸（3.7），1mL过氧化氢（3.3）低温加热至溶解完全，低温加热蒸干后，立即取下，稍冷，用少量盐酸淋洗液（3.13）溶解盐类，移入50mL容量瓶中，以盐酸淋洗液（3.13）稀释至刻度，混匀。

**6.4.2 直接测定用分析试液的制备**

分取1.00mL试液（6.4.1）于10mL比色管中，加入0.50mL铯内标溶液（3.15），用硝酸（3.8）稀释至刻度，混匀。

**6.4.3 微柱分离后（钆和铽）测定用分析试液的制备**

**6.4.3.1** 分离柱的准备

将微型分离柱（3.31）充水去气，预先以盐酸洗脱液（3.14）洗涤30min，再以盐酸淋洗液（3.13）平衡后，备用。将微型分离柱用内径为0.8mm的聚四氟乙烯管按图1连接在分离装置流路上，选择合适的泵管，调节试液管路流速为1.00mL/min，洗脱液管路流速均为（1.0±0.1）mL/min。

注：分离柱使用若干次后，柱内有明显的气泡，应去气后再使用。

**6.4.3.2** 基体的分离

将淋洗液管路和洗脱液管路分别插入淋洗液（3.13）和洗脱液（3.14）中，用淋洗液（3.13）平衡分离柱6min，将试液管路插入试液（6.4.2）中，待试液（6.4.2）充满管路后，切换旋转阀1，准确采集1.00mL试液（6.4.2）。将阀1切换至原位，用淋洗液（3.13）淋洗分离柱20min,将基体铈洗出，排至废液中。切换旋转阀2，用洗脱液（3.14）洗脱1min后，切换旋转阀3，继续用洗脱液（3.14）洗脱20min，将富集在分离柱上的钆和铽洗脱出来，分离液收集于25mL比色管中，阀3切换至原位。3min后，将阀2切换至原位。

**6.4.3.3** 测定钆和铽用试液的制备

于收集分离液的25mL比色管中，加入1.25mL铯内标溶液（3.15），以水稀释至刻度，混匀。

**6.4.4 基体分离后（钆和铽）测定用分析试液的制备**

**6.4.4.1分离柱的准备**

将分离柱以硝酸（3.9）平衡后，备用。

**6.4.4.2 基体的分离**

用20mL硝酸（3.9）平衡分离柱，准确加入5mL分析试液（6.4.1）。打开阀口用150mL -200mL硝酸（3.9）淋洗分离柱（流速不大于0.5mL/min），分离基体铈，排至废液杯中，直至淋洗液中铈的含量小于1µg/mL。然后用20mL盐酸（3.5）反洗，反洗液排至废液杯中，继续用盐酸（3.5）洗脱待测元素，收集40 mL分离液于比色管中，待测。

**6.5 标准系列溶液的配制**

准确移取0mL、0.20mL、0.50mL、1.00mL、5.00mL、10.00mL混合稀土标准溶液（3.30）于5个100mL容量瓶中，加入5.0mL铯内标溶液（3.15），以水稀释至刻度，混匀，待测。此标准系列溶液1mL含单一稀土氧化物分别为0ng、2.0ng、5.0ng、10.0ng、50.0ng、100.0ng。

**6.6 测定**

6.6.1.测量元素同位素质量数见表3。

表3

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定同位素质量数 | 校正方程 | 元素 | 分析线/nm |
| La | 139 |  | Dy | 163，164 |
| Ce\* | 140 |  | Ho | 165 |
| Pr | 141 | I141Pr=I141测-7.9730（I143测-0.7093×I146测） | Er | 166 |
| Nd | 146，144 |  | Tm | 169 |
| Sm | 147，149 |  | Yb | 171 |
| Eu | 151 |  | Lu | 175 |
| Gd\* | 160 |  | Y | 89 |
| Tb\* | 159 |  | Cs | 133 |
| \* 元素用于分离试液的测定。 | | | | |

6.6.2.将空白试验（6.3）溶液，分析试液（6.4.2）、（6.4.3.3）或分析试液（6.4.4.2）与标准系列溶液（6.5）同时进行氩等离子体质谱测定。

# 7 分析结果的计算

将标准系列溶液（6.5）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（6.3）溶液，分析试液（6.4.2）、（6.4.3.3）或分析试液（6.4.4.2）中待测稀土元素的质量浓度。

按公式（2）计算待测稀土元素的质量分数（%）：

………………………… (2)

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（6.4.2）、（6.4.3.3）或分析试液（6.4.4.2）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（6.3）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（6.4.2）、（6.4.3.3）或分析试液（6.4.4.2）中的体积，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——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

表4

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | k | 元素 | k |
| La  Pr  Nd  Sm  Eu  Gd  Tb | 0.8526  0.8277  0.8573  0.8623  0.8636  0.8676  0.8502 | Dy  Ho  Er  Tm  Yb  Lu  Y | 0.8713  0.8730  0.8745  0.8756  0.8782  0.8792  0.7874 |

# 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 | 0.00013 | 0.00003 | 氧化镝 | 0.00012 | 0.00001 |
| 0.0021 | 0.0003 | 0.0010 | 0.0001 |
| 0.0113 | 0.0009 | 0.0094 | 0.0008 |
| 氧化镨 | 0.00009 | 0.00002 | 氧化钬 | 0.00011 | 0.00002 |
| 0.0040 | 0.0003 | 0.0010 | 0.0001 |
| 0.0105 | 0.0015 | 0.0095 | 0.0007 |
| 氧化钕 | 0.00008 | 0.00002 | 氧化铒 | 0.00011 | 0.00002 |
| 0.0015 | 0.0002 | 0.0010 | 0.0001 |
| 0.0087 | 0.0006 | 0.0094 | 0.0007 |
| 氧化钐 | 0.00012 | 0.00001 | 氧化铥 | 0.00011 | 0.00001 |
| 0.0010 | 0.0001 | 0.0010 | 0.0001 |
| 0.0097 | 0.0007 | 0.0095 | 0.0007 |
| 氧化铕 | 0.00012 | 0.00002 | 氧化镱 | 0.00011 | 0.00001 |
| 0.0010 | 0.0001 | 0.0010 | 0.0001 |
| 0.0096 | 0.0009 | 0.0097 | 0.0007 |
| 氧化钆 | 0.00012 | 0.00002 | 氧化镥 | 0.00012 | 0.00001 |
| 0.0009 | 0.0001 | 0.0010 | 0.0001 |
| 0.0096 | 0.0020 | 0.0095 | 0.0007 |
| 氧化铽 | 0.00012 | 0.00002 | 氧化钇 | 0.00010 | 0.00001 |
| 0.0010 | 0.0001 | 0.0008 | 0.0001 |
| 0.0100 | 0.0015 | 0.0087 | 0.0005 |
| 注：重复性限（*r*）为2.8×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不应大于表6所列允许差。

表 6

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧化物 | 质量分数/% | 允许差（*r*）/% | 氧化物 | 质量分数/% | 允许差（*r*）/% |
| 氧化镧  氧化镨  氧化钕 | 0.00005~0.0003  >0.0003~0.0010  >0.0010~0.0030  >0.0030~0.0080  >0.0080~0.010  >0.010~0.030 | 0.0001  0.0002  0.0005  0.0010  0.0020  0.005 | 氧化钐  氧化铕  氧化镝  氧化钬  氧化铒  氧化铥  氧化镱  氧化镥  氧化钇 | 0.00002~0.0003  >0.0003~0.0010  >0.0010~0.0030  >0.0030~0.0080  >0.0080~0.010 | 0.0001  0.0002  0.0005  0.0010  0.0020 |
| 氧化钆  氧化铽 | 0.00005~0.0002  >0.0002~0.0005  >0.0005~0.0020  >0.0020~0.0050  >0.0050~0.010 | 0.0001  0.0002  0.0004  0.0010  0.0020 |

# 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。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

**附录1**

**微柱分离洗脱条件试验**

1. **试验仪器及试剂**

**A.1 氧化钆标准溶液：**移取2mL氧化钆标准贮存溶液（3.21）于100mL容量瓶中，加10mL硝酸（3.7），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含氧化钆为20.0μg。再将此溶液用盐酸（3.13）稀释成1mL含氧化钆为500ng的标准溶液。

**A.2氧化铽标准溶液：**移取2mL氧化铽标准贮存溶液（3.22）于100mL容量瓶中，加10mL硝酸（3.7），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含氧化铽为20.0μg。再将此溶液用盐酸（3.13）稀释成1mL含氧化铽为500ng的标准溶液。

**A.3氧化钆、铽混合标准溶液：**分别移取5mL氧化钆标准溶液（A.1）和氧化铽标准溶液（A.2）于200mL容量瓶中，用盐酸（3.13）稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含氧化钆、氧化铽为500ng的标准溶液。

其他参照正文。

1. **试验方法**

**B.1 分离柱的准备**

将微型分离柱（3.31）充水去气，预先以盐酸洗脱液（3.14）洗涤30min，再以盐酸淋洗液（3.13）平衡后，备用。将微型分离柱用内径为0.8mm的聚四氟乙烯管按图1连接在分离装置流路上，选择合适的泵管，调节试液管路流速为1.00mL/min，洗脱液管路流速均为（1.0±0.1）mL/min。

注：分离柱使用若干次后，柱内有明显的气泡，应去气后再使用。

**B.2 基体的分离**

将淋洗液管路和洗脱液管路分别插入淋洗液（3.13）和洗脱液（3.14）中，用淋洗液（3.13）平衡分离柱6min，将试液管路插入氧化钆、铽混合标准溶液（A.3）中，待氧化钆、铽混合标准溶液（A.3）充满管路后，切换旋转阀1，准确采集1.00mL试液氧化钆、铽混合标准溶液（A.3）。将阀1切换至原位，用淋洗液（3.13）淋洗分离柱20min。

**B.3试液采集时间试验**

切换旋转阀2，用洗脱液（3.14）洗脱1min后，切换旋转阀3，继续用洗脱液（3.14）洗脱试验要求的时间，将富集在分离柱上的钆和铽洗脱出来，分离液收集于25mL比色管中，阀3切换至原位。3min后，将阀2切换至原位。

**B.4 测定钆和铽用试液的制备**

于收集分离液的25mL比色管中，加入1.25mL铯内标溶液（3.15），以水稀释至刻度，混匀，待测。

**B.5 测定**

按6.6进行钆、铽测定。

1. **试验讨论**

**C.1 试验数据统计**

氧化钆、铽混合标准溶液（A3）浓度为500ng/mL，进样量为1mL，钆、铽进样量为500ng，根据不同采集时间采集的试液中钆、铽的测定结果，计算回收率，见表C-1。

表C-1 不同采集时间钆、铽的回收率

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 采集时间/min | 分离柱（北方稀土） | | | |
| Gd | | Tb | |
| 测定值/ng | 回收率/% | 测定值/ng | 回收率/% |
| 5 |  |  |  |  |
| 7 |  |  |  |  |
| 8 |  |  |  |  |
| 9 |  |  |  |  |
| 10 |  |  |  |  |
| 15 |  |  |  |  |
| 20 |  |  |  |  |

C.2 采集时间的确定

根据不同采集时间钆、铽的回收率情况，确定钆、铽分离的最佳采集时间。