

国家市场监督管理总局

 **中国国家标准化管理委员会** 发布

**发布**

**20XX-XX-XX实施**

**实施**

**20XX-XX-XX发布**

 稀土金属及其氧化物中稀土杂质

 化学分析方法

镧中铈、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**

 **Lanthanum— Determination of cerium, praseodymium,neodymium,samarium, europium, gadolinium, terbium,dysprosium, holmium, erbium, thulium, ytterbium, lutetium and yttrium contents**

（送审稿）

**GB/T 18115.1-20XX**

 代替GB/T 18115.1-2006

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

H 14

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》共分为15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GB/T 18115的第1部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分代替GB/T 18115.1-2006《稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法 镧中铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定 》。本部分与GB/T 18115.1-2006 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

――修改了方法1的测量范围，将氧化铕，氧化钆，氧化镝，氧化钬，氧化铒的下限由0.000 5 %调整为0.000 3 %；将氧化铈，氧化镨，氧化钕，氧化钐，氧化钇的上限由0.10 %调整为0.20 %；氧化镝，氧化钬，氧化铒，氧化铥，氧化镱，氧化镥的上限由0.050 %调整为0.10 %。（见第1章表1,2006版第1章）；

——修改了方法1,方法2中试样预处理条件，由“900 ℃灼烧1h”改为“氧化物试样于105 ℃烘1 h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。金属试样应去掉表面氧化层，取样后立即称量。”（见2.4、3.4，2006年版的第5章和14章）；

——修改了方法1被测元素的进样浓度（见2.5.1，2006年版的6.1）；

——方法1中增加了空白试验（见2.5.3）；

——方法1中删除了1条参考谱线为：Pr 422.533nm,（见2.6.1，2006版第6章）；

——修改了方法1、方法2中重复性和允许差（见2.8、3.7，2006版第8章和第17章）。

──修改了方法2的测量范围，将氧化铈的下限由0.0001 %调整为0.000 05 %；氧化钇的下限由0.0001 %调整为0.000 03%；氧化钐，氧化钆，氧化铽的下限由0.000 05 %调整为0.000 03 %；将氧化铕，氧化镝，氧化铒，氧化镱的下限由0.000 05 %调整为0.000 02 %；将氧化钬，氧化铥，氧化镥的下限下限由0.000 05 %调整为0.000 01 %（见第1章表2,2006版第10章）。

——增加了方法2中内标元素铯（见3.5.4、3.5.5，2006版的15.4和15.5）。

本部分由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口。

本部分起草单位：江阴加华新材料资源有限公司、湖南稀土金属材料研究院、虔东稀土集团股份有限公司、定南大华新材料资源有限公司、赣州晨光稀土新材料有限公司、广东珠江稀土有限公司、钢研纳克检测技术股份有限公司、赣县红金稀土有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、四川江铜稀土有限责任公司、国标（北京）验认证有限公司、淄博加华新材料资源有限公司、包头稀土研究院。

本部分主要起草人：李小军、赵萍红、单丽娟、董丽洁、姚京璧、张愨、刘荣丽、温斌、黄南生、陈燕、王贵超、姚南红、陈添连、张鹍、王寿虹、龙雪梅、董涛、宋伟星、陆翌欣、吴菡、刘竹英、王宝华、蒙文飞、唐荣盛、鲍叶啉、康亚先、周凯红、张莉、王金凤、范素珍、汪金鹏、张鑫、王淼。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

──GB/T 18115.1-2000；──GB/T 18115.1-2006。

稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法

 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

1. **范围**

本部分规定了氧化镧中氧化铈、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。

本部分适用于氧化镧中氧化铈、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。

本部分也适用于金属镧中铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥和钇量的测定。

本部分共包含二个方法：方法1电感耦合等离子体发射光谱法，方法2电感耦合等离子体质谱法。方法1测定范围见表1，方法2测定范围见表2。当二个方法的分析范围出现重叠时，以方法2作为仲裁方法。

表1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 氧化物 | 质量分数 ∕% | 氧化物 | 质量分数 ∕% |
| 氧化铈氧化镨氧化钕氧化钐氧化铕氧化钆氧化铽 | 0.0005—0.200.0005—0.200.0005—0.200.0005—0.200.0003—0.100.0003—0.100.0005—0.10 | 氧化镝氧化钬氧化铒氧化铥氧化镱氧化镥氧化钇 | 0.0003—0.100.0003—0.100.0003—0.100.0001—0.100.0001—0.100.0001—0.100.0001—0.20 |

表2

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 氧化物 | 质量分数 ∕% | 氧化物 | 质量分数 ∕% |
| 氧化铈氧化镨氧化钕氧化钐氧化铕氧化钆氧化铽 | 0.000 05—0.0100.000 05—0.0100.000 05—0.0100.000 03—0.0100.000 02—0.0100.000 03—0.0100.000 03—0.010 | 氧化镝氧化钬氧化铒氧化铥氧化镱氧化镥氧化钇 | 0.000 02—0.0100.000 01—0.0100.000 02—0.0100.000 01—0.0100.000 02—0.0100.000 01—0.0100.000 03—0.010 |

**2方法1：电感耦合等离子体发射光谱法**

**2.1 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，并用系数校正法校正被测稀土杂质元素间的光谱干扰，以基体匹配法校正基体对测定的影响。

**2.2试剂**

2.2.1 过氧化氢 ，30 %。

2.2.2 盐酸 (1+1)。

2.2.3 盐酸 (1+19)。

2.2.4 硝酸（1+1）。

2.2.5 氧化镧基体溶液：称取20.000 g经950 ℃灼烧1h的氧化镧[*w*（La2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于200mL烧杯中，加80 mL 盐酸 （2.2.2），低温加热溶清后冷却至室温，溶液移入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 mg氧化镧。

2.2.6 氧化铈标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化铈[*w*（CeO2/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（2.2.4），加10 mL过氧化氢（2.2.1）， 低温加热溶清后冷却至室温，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。

2.2.7 氧化镨标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化镨[*w*（Pr6O11/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL盐酸（2.2.2），低温加热溶清后冷却至室温，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。

2.2.8 氧化钕标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化钕[*w*（Nd2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL盐酸（2.2.2），低温加热溶清后冷却至室温，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氧化钕。

2.2.9 氧化钐标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化钐[*w*（Sm2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL盐酸（2.2.2），低温加热溶清后冷却至室温，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氧化钐。

2.2.10 氧化铕标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化铕[*w*（Eu2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL盐酸（2.2.2），低温加热溶清后冷却至室温，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氧化铕。

2.2.11 氧化钆标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化钆[*w*（Gd2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL盐酸（2.2.2），低温加热溶清后冷却至室温，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氧化钆。

2.2.12 氧化铽标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化铽[*w*（Tb4O7/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（2.2.4），加10 mL过氧化氢（2.2.1）， 低温加热溶清后冷却至室温，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。

2.2.13 氧化镝标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化镝[*w*（Dy2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL盐酸（2.2.2），低温加热溶清后冷却至室温，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氧化镝。

2.2.14 氧化钬标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化钬[*w*（Ho2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL盐酸（2.2.2），低温加热溶清后冷却至室温，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氧化钬。

2.2.15 氧化铒标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化铒[*w*（Er2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL盐酸（2.2.2），低温加热溶清后冷却至室温，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氧化铒。

2.2.16 氧化铥标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化铥[*w*（Tm2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL盐酸（2.2.2），低温加热溶清后冷却至室温，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氧化铥。

2.2.17 氧化镱标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化镱[*w*（Yb2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL盐酸（2.2.2），低温加热溶清后冷却至室温，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氧化镱。

2.2.18 氧化镥标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化镥[*w*（Lu2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL盐酸（2.2.2），低温加热溶清后冷却至室温，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氧化镥。

2.2.19 氧化钇标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化钇[*w*（Y2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL盐酸（2.2.2），低温加热溶清后冷却至室温，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氧化钇。

2.2.20 氩气[φ（Ar）≥99.99 ％]。

**2.3 仪器**

2.3.1 电感耦合等离子体光谱仪：倒数线色散率不大于0.26nm/mm（一级光谱）。分辨率＜0.006nm(200nm处)。

2.3.2 光源：氩等离子体光源。

**2.4 试样**

2.4.1 将试样在干燥箱内于105 ℃烘1 h，置于干燥器中冷却至室温，立即称量。

2.4.2 金属试样应去掉表面氧化层，取样后立即称量。

**2.5 分析步骤**

**2.5.1 试料**

2.5.1.1 氧化物试料

被测元素质量分数≤0.10 %时，称取0.500 g试样（2.4.1），精确至0.0001 g; 被测元素质量数>0.10 %时，称取0.100 g试样（2.4.1），精确至0.0001 g

2.5.1.2 金属试料

被测元素质量分数≤0.10 %时，称取0.426 g试样（2.4.2），精确至0.0001 g。被测元素质量数>0.10 %时，称取0.0852 g试样（2.4.1），精确至0.0001 g

**2.5.2 测定次数**

称取两份试料进行平行测定，取其平均值。

**2.5.3 空白试验**

随同试料做空白试验。

**2.5.4 分析试液的制备**

将试料（2.5.1）至于100 mL烧杯中，加入3 mL水，加入6.5 mL盐酸（2.2.2），低温加热至溶解完全，冷却至室温，转移至50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，待用。

**2.5.5 系列标准溶液的配制**

2.5.5.1 被测元素质量分数≤0.10 %的试样标准系列溶液的配制

将氧化镧基体溶液（2.2.5）和各稀土氧化物标准溶液（2.2.6～2.2.19）按表3分别移入9个100 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸（2.2.2），以水稀释至刻度，混匀，制得标准系列溶液待用。

表3

|  |  |
| --- | --- |
| 标液编号 | 各稀土（以氧化物计）质量浓度/（µg/mL） |
| 氧化镧 | 氧化铈 | 氧化镨 | 氧化钕 | 氧化钐 | 氧化铕 | 氧化钆 |
| 1 | 10 000 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 10 000 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| 3 | 10 000 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 |
| 4 | 10 000 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 |
| 5 | 10 000 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 |
| 6 | 10 000 | 0.50 | 0.50 | 0.50 | 0.50 | 0.50 | 0.50 |
| 7 | 10 000 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 |
| 8 | 10 000 | 10.00 | 10.00 | 10.00 | 10.00 | 10.00 | 10.00 |
| 9 | 10 000 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 |
| 标液编号 | 各稀土（以氧化物计）质量浓度/（µg/mL） |
| 氧化镝 | 氧化钬 | 氧化铒 | 氧化铥 | 氧化镱 | 氧化镥 | 氧化钇 |
| 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| 3 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 |
| 4 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 |
| 5 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 |
| 6 | 0.50 | 0.50 | 0.50 | 0.50 | 0.50 | 0.50 | 0.50 |
| 7 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 |
| 8 | 10.00 | 10.00 | 10.00 | 10.00 | 10.00 | 10.00 | 10.00 |
| 9 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 |

注：仪器输入各标准系列浓度值时，分别加上氧化镧纯基体中待测元素的值。

2.5.5.2被测元素质量分数>0.10 %的试样标准系列溶液的配制

将氧化镧基体溶液（2.2.5）和各稀土氧化物标准溶液（2.2.6～2.2.19）按表4分别移入5个100 mL容量瓶中，加入5mL盐酸（2.2.2），以水稀释至刻度，混匀，制得标准系列溶液待用。

表4

|  |  |
| --- | --- |
| 标液编号 | 各稀土（以氧化物计）质量浓度/（µg/mL） |
| 氧化镧 | 氧化铈 | 氧化镨 | 氧化钕 | 氧化钐 | 氧化钇 |
| 1 | 2 000 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 1999 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 |
| 3 | 1995 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| 4 | 1990 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 |
| 5 | 1980 | 4.0 | 4.0 | 4.0 | 4.0 | 4.0 |

注：仪器输入各标准系列浓度值时，分别加上氧化镧纯基体中待测元素的值。

2.5.5.3空白试样的标准系列溶液的配制

将各稀土氧化物标准溶液（2.2.6～2.2.19）按表5分别移入4个100 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸（2.2.2），以水稀释至刻度，混匀，制得标准系列溶液待用

表5

|  |  |
| --- | --- |
| 标液编号 | 各稀土（以氧化物计）质量浓度/（µg/mL） |
| 氧化镧 | 氧化铈 | 氧化镨 | 氧化钕 | 氧化钐 | 氧化铕 | 氧化钆 |
| 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 0 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| 3 | 0 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 |
| 4 | 0 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 |
| 标液编号 | 各稀土（以氧化物计）质量浓度/（µg/mL） |
| 氧化镝 | 氧化钬 | 氧化铒 | 氧化铥 | 氧化镱 | 氧化镥 | 氧化钇 |
| 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| 3 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 |
| 4 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 |

**2.6 测定**

2.6.1 推荐分析线见表6。

表6

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 分析线(nm) | 元素 | 分析线(nm) |
| Ce | 413.380 | Dy | 353.171 |
| Pr | 417.942 | Ho | 345.600 |
| Nd | 401.225、430.357 | Er | 337.275 |
| Sm | 359.260、446.734 | Tm | 313.126、342.508 |
| Eu | 390.711、381.966 | Yb | 328.937 |
| Gd | 354.937 | Lu | 261.542 |
| Tb | 350.917 | Y | 324.228、371.029 |

2.6.2 将空白试验（2.5.3）溶液，分析试液（2.5.4）分别与标准系列溶液（2.5.5）同时进行氩等离子体光谱测定。

**2.7 分析结果的计算和表述**

将标准系列溶液（2.5.5）的含量直接输入计算机，根据标准系列溶液（2.5.5）和空白试验溶液（2.5.3）、分析试液 （2.5.4）的强度值，由计算机计算、校正并输出空白试验溶液（2.5.3），分析试液（2.5.4）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ω（%）：

*..................................................................*（1）

式中：

*k* ——各元素单质与其氧化物的换算系数，见表7。计算氧化物含量时k=1；

*c0*——计算机输出的空白试验 （2.5.3） 中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

 *c* ——自工作曲线上查得被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/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）。

表7

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | *k* | 元素 | *k* |
| Ce | 0.8140 | Dy | 0.8713 |
| Pr | 0.8277 | Ho | 0.8730 |
| Nd | 0.8573 | Er | 0.8745 |
| Sm | 0.8624 | Tm | 0.8756 |
| Eu | 0.8636 | Yb | 0.8782 |
| Gd | 0.8676 | Lu | 0.8794 |
| Tb | 0.8502 | Y | 0.7874 |

**2.8 精密度**

2.8.1 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8数据采用线性内插法求得：

表8

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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 7 | 0.000 2 | 氧化镝 | 0.000 5 | 0.000 1 |
| 0.002 0 | 0.000 4 | 0.000 6 | 0.000 2 |
| 0.005 1 | 0.000 6 | 0.001 9 | 0.000 4 |
| 0.009 2 | 0.001 0 | 0.005 0 | 0.000 7 |
| 0.020 | 0.001 5 | 0.009 3 | 0.001 0 |
| 0.098 | 0.005 | - | - |
| 0.17 | 0.010 | - | - |

表8（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） /% |
| 氧化镨 | 0.000 7 | 0.000 2 | 氧化钬 | 0.000 5 | 0.000 1 |
| 0.002 0 | 0.000 4 | 0.000 6 | 0.000 2 |
| 0.005 0 | 0.000 7 | 0.001 9 | 0.000 4 |
| 0.009 4 | 0.001 0 | 0.004 9 | 0.000 7 |
| 0.019 | 0.001 5 | 0.009 4 | 0.001 0 |
| 0.095 | 0.005 | - | - |
| 0.19 | 0.010 | - | - |
| 氧化钕 | 0.000 7 | 0.000 2 | 氧化铒 | 0.000 5 | 0.000 1 |
| 0.002 0 | 0.000 4 | 0.000 7 | 0.000 2 |
| 0.005 0 | 0.000 7 | 0.001 9 | 0.000 4 |
| 0.009 6 | 0.001 0 | 0.005 0 | 0.000 7 |
| 0.019 | 0.001 5 | 0.009 3 | 0.001 0 |
| 0.095 | 0.005 | - | - |
| 0.19 | 0.010 | - | - |
| 氧化钐 | 0.000 7 | 0.000 2 | 氧化铥 | 0.000 2 | 0.000 1 |
| 0.001 9 | 0.000 4 |  0.000 6  | 0.000 2 |
| 0.004 9 | 0.000 7 | 0.001 9 | 0.000 4 |
| 0.009 4 | 0.001 0 | 0.005 0 | 0.000 7 |
| 0.019 | 0.001 5 | 0.009 3 | 0.001 0 |
| 0.090 | 0.005 | - | - |
| 0.19 | 0.010 | - | - |
| 氧化铕 | 0.000 5 | 0.000 1 | 氧化镱 | 0.000 2 | 0.000 1 |
| 0.000 6 | 0.000 2 | 0.000 7 | 0.000 2 |
| 0.001 9 | 0.000 4 | 0.002 0 | 0.000 4 |
| 0.005 0 | 0.000 7 | 0.005 1 | 0.000 7 |
| 0.009 4 | 0.001 0 | 0.009 4 | 0.001 0 |
| 氧化钆 | 0.000 5 | 0.000 1 | 氧化镥 | 0.000 2 | 0.000 1 |
| 0.000 7 | 0.000 2 | 0.000 7 | 0.000 2 |
| 0.001 9 | 0.000 4 | 0.001 9 | 0.000 4 |
| 0.005 0 | 0.000 7 | 0.005 1 | 0.000 7 |
| 0.009 4 | 0.001 0 | 0.009 3 | 0.001 0 |
| 氧化铽 |  0.000 6 | 0.000 2 | 氧化钇 | 0.000 2 | 0.000 1 |
|  0.001 9 | 0.000 4 | 0.000 8 | 0.000 2 |
|  0.005 0 | 0.000 7 | 0.002 0 | 0.000 4 |
|  0.009 5 | 0.001 0 | 0.005 0 | 0.000 7 |
| - | - | 0.009 5 | 0.001 0 |
| - | - | 0.020 | 0.001 5 |
| - | - | 0.094 | 0.005 |
| - | - | 0.19 | 0.010 |
| 注：重复性限（r）为2.8×Sr，Sr为重复性标准差 |

2.8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表9所列允许差。

表9

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧化物 | 质量分数 ∕% | 允许差 / % | 氧化物 | 质量分数 ∕% | 允许差 / % |
| 氧化铈氧化镨氧化钕氧化钐 | 0.000 5～0.001 0>0.001 0 ～0.002 0>0.002 0～0.004 0>0.004 0～0.008 0>0.008 0～0.020>0.020～0.050>0.050～0.010>0.10～0.20 | 0.000 40.000 50.000 60.001 00.002 00.0060.0100.016 | 氧化铥氧化镱氧化镥 | 0.000 1～0.000 3>0.000 3～0.000 5>0.000 5～0.001 0>0.001 0 ～0.002 0>0.002 0～0.004 0>0.004 0～0.008 0>0.008 0～0.020>0.020～0.050>0.050～0.010 | 0.000 10.000 20.000 30.000 40.000 60.001 00.002 00.0060.010 |
| 氧化铕氧化钆氧化镝氧化铒氧化钬 | 0.000 3～0.000 5>0.000 5～0.001 0>0.001 0 ～0.002 0>0.002 0～0.004 0>0.004 0～0.008 0>0.008 0～0.020>0.020～0.050>0.050～0.010- | 0.000 20.000 40.000 50.000 60.001 00.002 00.0060.010- | 氧化钇 | 0.000 1～0.000 3>0.000 3～0.000 50.000 5～0.001 0>0.001 0 ～0.002 0>0.002 0～0.004 0>0.004 0～0.008 0>0.008 0～0.020>0.020～0.050>0.050～0.010>0.10～0.20 | 0.000 10.000 20.000 30.000 40.000 60.001 00.002 00.0060.0100.016 |
| 氧化铽 | 0.000 5～0.001 0>0.001 0 ～0.002 0>0.002 0～0.004 0>0.004 0～0.008 0>0.008 0～0.020>0.020～0.050>0.050～0.010 | 0.000 40.000 50.000 60.001 00.002 00.0060.010 | - | - | - |
|  |

**3方法2：电感耦合等离子体质谱法**

**3.1 方法原理**

试样以硝酸溶解，在稀酸介质中，以氩等离子体为离子化源，直接进行质谱测定。测定时以内标法进行校正。

**3.2 试剂和材料**

3.2.1 氯化铯，优级纯。

3.2.2 氯化铟，优级纯

3.2.3 过氧化氢（30 %），优级纯。

3.2.4 硝酸（ρ1.42 g/mL），MOS级纯。

3.2.5 硝酸（1+1），MOS级纯。

3.2.6 硝酸（1+49），MOS级纯。

3.2.7 铯内标溶液：称取0.1270 g氯化铯（3.2.1 在110℃烘干过），加10 mL水，溶解完全，加10 mL硝酸（3.2.5），移入100 mL容量瓶中，用水稀至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铯。再将此溶液用硝酸（3.2.6）逐步稀释成1 mL含0.5 μg铯的内标溶液。

3.2.8 铟内标溶液：称取0.1210 g氯化铟（3.2.2 在110℃烘干过），加10 mL水，溶解完全，加10 mL硝酸（3.2.5），移入100 mL容量瓶中，用水稀至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铯。再将此溶液用硝酸（3.2.6）逐步稀释成1 mL含0.5 μg铟的内标溶液。

3.2.9 氧化镧标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1 h的氧化镧[*w*（La2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（3.2.5），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1000 μg氧化镧。

3.2.10 氧化铈标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化铈[*w*（CeO2/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（3.2.5），2 mL过氧化氢（3.2.3）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1000 μg氧化铈。

3.2.11 氧化镨标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1 h的氧化镨[*w*（Pr6O11/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（3.2.5），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1000 μg氧化镨。

3.2.12 氧化钕标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化钕[*w*（Nd2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（3.2.5），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1000 μg氧化钕。

3.2.13 氧化钐标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1 h的氧化钕[*w*（Sm2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（3.2.5），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1000 μg氧化钐。

3.2.14 氧化铕标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化铕[*w*（Eu2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（3.2.5），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1000 μg氧化铕。

3.2.15 氧化钆标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化钆[*w*（Gd2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（3.2.5），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1000 μg氧化钆。

3.2.16 氧化铽标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化铽[*w*（Tb4O7/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（3.2.5），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1000 μg氧化铽。

3.2.17 氧化镝标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1 h的氧化镝[*w*（Dy2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（3.2.5），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1000 μg氧化镝。

3.2.18 氧化钬标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化钬[*w*（Ho2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（3.2.5），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1000 μg氧化钬。

3.2.19 氧化铒标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1 h的氧化铒[*w*（Er2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（3.2.5），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1000 μg氧化铒。

3.2.20 氧化铥标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1 h的氧化铥[*w*（Tm2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（3.2.5），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1000 μg氧化铥。

3.2.21 氧化镱标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1 h的氧化镱[*w*（Yb2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（3.2.5），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1000 μg氧化镱。

3.2.22 氧化镥标准贮存溶液：称取0.1000 g，经950 ℃灼烧1 h的氧化镥[*w*（Lu2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（3.2.5），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1000 μg氧化镥。

3.2.23 氧化钇标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1h的氧化钇（[*w*（Y2O3/REO）≥99.999 %，*w*（REO）≥99.5 %]，置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（3.2.5），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1000 μg氧化钇。

3.2.24 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（3.2.9～3.2.23）置于100 mL容量瓶中，加7 mL硝酸（3.2.5），用水稀至刻度，混匀。此溶液1 mL含20.0 μg各单一稀土氧化物。再将此溶液用硝酸（3.2.6）逐步稀释成1 mL含各单一稀土氧化物分别为1.00 μg的标准溶液。

3.2.25 氩气[φ（Ar）≥99.99 ％]。

**3.3 仪器**

电感耦合等离子体质谱仪：质量分辨率优于（0.8±0.1）u。

**3.4 试样**

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

3.4.2 金属试样去掉表面氧化层，取样后，立即称量。

**3.5 分析步骤**

3.5.1  **试料**

按表10称取试样（3.4），精确至0.0001 g。

表10

|  |  |
| --- | --- |
| 稀土杂质（质量分数）∕% | 试样量 ∕g |
| 0.000 02～0.005 0 | 0.30 |
| >0.005 0～0.010 | 0.1 |

3.5.2 **测定次数**

称取二份试料，进行平行测定，取其平均值。

3.5.3 **空白试验**

随同试料做空白试验。

3.5.4 **分析试液的制备**

将试料（3.5.1）置于50 mL烧杯中，加5 mL水、5 mL硝酸（3.2.5），低温加热至溶解完全，蒸至近干，取下，冷却后，用水将其移入100 mL容量瓶中并稀释至刻度，混匀，从中分取5.00 mL试液于50 mL容量瓶中，加入0.50 mL内标溶液（3.2.7或3.2.8），用硝酸（3.2.6）稀释至刻度，混匀，待测。

3.5.5 **系列标准溶液的配制**

准确移取0, 0.10, 0.20, 1.00, 2.00，5.00 mL混合稀土标准溶液（3.2.24）于6个100 mL容量瓶中，加入1.0 mL内标溶液（3.2.7或3.2.8）， 以硝酸（3.2.6）稀释至刻度，混匀，待测。此标准系列溶液浓度为1 mL含各单一稀土氧化物分别为0, 1.0, 2.0, 10.0, 50.0 ng。

**3.5.6 测定**

3.5.6.1 测量元素同位素质量数见表11。

表11

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定同位素的质量数 | 元素 | 测定同位素的质量数 |
| YCePrNdSmEuGdTb | 89142,140141146,144147,152151,153160159 | DyHoErTmYbLuCs In | 163,164165166,167169174,176175133115 |

3.5.6.2 将空白试验（3.5.3）溶液、分析试液（3.5.4）与标准系列溶液（3.5.5）同时进行氩等离子体质谱测定。

**3.6 分析结果的计算和表述**

将标准系列溶液（3.5.5）的质量浓度直接输入计算机，用内标校正法校正，由计算机计算并输出空白试验溶液（3.5.3）、分析试液（3.5.4）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（%）：

*k ·( c-c0 ) · V2 · V0* × 10-9

*ω（X）*= × 100 ……………..(2)

 *m ·V1*

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；

*c*——计算机输出的分析试液（3.5.4）中待测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

*c0*——计算机输出的空白试验 （3.5.3） 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（3.5.4）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）。

**3.7 精密度**

**3.7.1 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12数据采用线性内插法求得。

表12

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧化物 | 质量分数 /% | 重复性限（r） /% | 氧化物 | 质量分数 /% | 重复性限（r） /% |
| 氧化钇 | 0.000 08 | 0.000 03 | 氧化铽 | 0.000 08 | 0.000 02 |
| 0.000 8 | 0.000 1 | 0.000 7 | 0.000 1 |
| 0.001 9 | 0.000 3 | 0.002 1 | 0.000 3 |
| 0.004 8 | 0.000 5 | 0.005 1 | 0.000 5 |
| 0.009 4 | 0.001 0 | 0.010  | 0.001 0 |
| 氧化铈 | 0.000 09 | 0.000 03 | 氧化镝 | 0.000 09 | 0.000 02 |
| 0.000 7 | 0.000 1 | 0.000 7 | 0.000 1 |
| 0.0019 | 0.000 4 | 0.002 1 | 0.000 3 |
| 0.005 0 | 0.000 5 | 0.005 1 | 0.000 5 |
| 0.010  | 0.001 0 | 0.010  | 0.001 0 |
| 氧化镨 | 0.000 09 | 0.000 03 | 氧化钬 | 0.000 09 | 0.000 02 |
| 0.000 7 | 0.000 1 | 0.000 7 | 0.000 1 |
| 0.001 9 | 0.000 3 | 0.002 0 | 0.000 3 |
| 0.004 7 | 0.000 5 | 0.005 0 | 0.000 5 |
| 0.009 8 | 0.001 0 | 0.010  | 0.001 0 |

表12（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） /% |
| 氧化钕 | 0.000 1 | 0.000 03 | 氧化铒 | 0.000 08 | 0.000 02 |
| 0.000 8 | 0.000 1 | 0.000 7 | 0.000 1 |
| 0.002 1 | 0.000 3 | 0.002 0 | 0.000 3 |
| 0.005 0 | 0.000 5 | 0.005 0 | 0.000 5 |
| 0.010  | 0.001 0 | 0.010  | 0.001 0 |
| 氧化钐 | 0.000 09 | 0.000 02 | 氧化铥 | 0.000 08 | 0.000 02 |
| 0.000 7 | 0.000 1 | 0.000 6 | 0.000 1 |
| 0.002 0 | 0.000 3 | 0.002 0 | 0.000 3 |
| 0.004 8 | 0.000 5 | 0.004 9 | 0.000 5 |
| 0.010  | 0.001 0 | 0.010  | 0.001 0 |
| 氧化铕 | 0.000 08 | 0.000 04 | 氧化镱 | 0.000 09 | 0.000 02 |
| 0.000 6 | 0.000 1 | 0.000 7 | 0.000 1 |
| 0.002 0 | 0.000 3 | 0.002 1 | 0.000 3 |
| 0.004 9 | 0.000 5 | 0.005 1 | 0.000 5 |
| 0.010 | 0.001 0 | 0.010  | 0.001 0 |
| 氧化钆 | 0.000 07 | 0.000 02 | 氧化镥 | 0.000 1 | 0.000 02 |
| 0.000 7 | 0.000 1 | 0.000 6 | 0.000 1 |
| 0.001 9 | 0.000 3 | 0.002 0 | 0.000 3 |
| 0.004 9 | 0.000 5 | 0.004 9 | 0.000 5 |
| 0.010  | 0.001 0 | 0.010 | 0.001 0 |
| 注：重复性限（r）为2.8×Sr，Sr为重复性标准差。 |

**3.7.2 允许差**

实验室之间分析结果的差值应不大于表13所列允许差。

表13

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧化物 | 质量分数 ∕% | 允许差 / % | 氧化物 | 质量分数 ∕% | 允许差 / % |
| 氧化钬氧化铥氧化镥 |  0.000 01～0.000 05>0.000 05～0.000 1>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 0～0.010  | 0.000 010.000 040.000 10.000 20.000 40.001 00.002 0 | 氧化铕氧化镝氧化铒氧化镱 |  0.000 02～0.000 05>0.000 05～0.0001>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 0～0.010  | 0.000 020.000 040.000 10.000 20.000 40.001 00.002 0 |

表13（续）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧化物 | 质量分数 ∕% | 允许差 / % | 氧化物 | 质量分数 ∕% | 允许差 / % |
| 氧化钐氧化钆氧化铽氧化钇 |  0.000 03～0.000 05>0.000 05～0.000 1>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 0～0.010  | 0.000 030.000 050.000 10.000 20.000 40.001 00.002 0 | 氧化铈氧化镨氧化钕 | 0.000 05～0.000 1>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 0～0.010 - | 0.000 040.000 10.000 20.000 40.001 00.002 0- |

4 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。