

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

201×-××-××实施

201×-××-××发布

镧铈金属及其化合物化学分析方法

第2部分：稀土量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

**Chemical analysis methods of lanthanum-cerium metals and their compounds**

**Part 2: Determination of rare earth content by**

 **Inductively coupled plasma emission spectrometry**

（预审稿）

（预审稿）

GB/T ××××—201×

中华人民共和国国家标准

**ICS** 77.120.99

**H** 65

**前言**

GB/T XXXXX《镧铈金属及其化合物化学分析方法》共分为2个部分：

——第1部分：铈量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；

——第2部分：稀土量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为GB/T XXXXX的第2部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

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：中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司、包头稀土研究院、包头华美稀土高科有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、赣州晨光稀土新材料股份有限公司、广东珠江稀土有限公司、钢研纳克检测技术股份有限公司、中国有色桂林地质矿产研究院有限公司、有研稀土新材料股份有限公司。

本部分主要人：曹俊杰、李淑萍、都业俭、于亚辉、刘丹娜、薛建萍、刘志宏、田佳、凌乐玖、宋伟新、梁志杰、谢宝平、陆翌欣、施意华、夏爽、文涛。

镧铈金属及其化合物化学分析方法

稀土量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

# 1 范围

本部分规定了镧铈金属及其化合物中稀土量的测定方法。

本部分适用于镧铈金属及其化合物中稀土量的测定。测定范围见表 1。

**表1测定范围**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 测定元素 | 质量分数/% | 测定元素 | 质量分数/% |
| 氧化镧氧化铈氧化镨氧化钕氧化钐氧化铕氧化钆氧化铽 | 30.00 ~40.00 60.00 ~ 70.000.010~ 0.400.010~ 0.400.010~ 0.400.010~ 0.400.010~ 0.400.010~ 0.40 | 氧化镝氧化钬氧化铒氧化铥氧化镱氧化镥氧化钇 | 0.010~ 0.400.010~ 0.400.010~ 0.400.010~ 0.400.010~ 0.400.010~ 0.400.010~ 0.40 |

# 2 方法原理

试料用硝酸分解，在稀酸介质中，直接以氩等离子体光源激发，进行光谱测定，测定结果进行归一化处理。

# 3 试剂

* 1. 过氧化氢（30%），优级纯。
	2. 盐酸（*ρ*1.19g/mL），优级纯。
	3. 硝酸（*ρ*1.42g.mL），优级纯。
	4. 盐酸（1+1）。
	5. 盐酸（1+19）。
	6. 硝酸（1+1）。
	7. 硝酸（1+19）。
	8. 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）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]置于100mL烧杯中，加入10mL盐酸（3.4），低温加热至溶解完全，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。再将此溶液用盐酸（3.5）稀释成1mL含50μg氧化镨的标准溶液。
	9. 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）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]置于100mL烧杯中，加入10mL盐酸（3.4），低温加热至溶解完全，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。再将此溶液用盐酸（3.5）稀释成1mL含50μg氧化钕的标准溶液。
	10. 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，加入10mL盐酸（3.4），低温加热至溶解完全，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。再将此溶液用盐酸（3.5）稀释成1mL含50μg氧化钐的标准溶液。
	11. 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）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]置于100mL烧杯中，加入10mL盐酸（3.4），低温加热至溶解完全，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。再将此溶液用盐酸（3.5）稀释成1mL含50μg氧化铕的标准溶液。
	12. 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）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]置于100mL烧杯中，加入10mL盐酸（3.4），低温加热至溶解完全，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。再将此溶液用盐酸（3.5）稀释成1mL含50μg氧化钆的标准溶液。
	13. 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）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]置于100mL烧杯中，加入10mL盐酸（3.4），滴加过氧化氢（3.1），低温加热至溶解完全，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。再将此溶液用盐酸（3.5）稀释成1mL含50μg氧化铽的标准溶液。
	14. 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）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]置于100mL烧杯中，加入10mL盐酸（3.4），低温加热至溶解完全，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。再将此溶液用盐酸（3.5）稀释成1mL含50μg氧化镝的标准溶液。
	15. 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，加入10mL盐酸（3.4），低温加热至溶解完全，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。再将此溶液用盐酸（3.5）稀释成1mL含50μg氧化钬的标准溶液。
	16. 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）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]置于100mL烧杯中，加入10mL盐酸（3.4），低温加热至溶解完全，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。再将此溶液用盐酸（3.5）稀释成1mL含50μg氧化铒的标准溶液。
	17. 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）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]置于100mL烧杯中，加入10mL盐酸（3.4），低温加热至溶解完全，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。再将此溶液用盐酸（3.5）稀释成1mL含50μg氧化铥的标准溶液。
	18. 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）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]置于100mL烧杯中，加入10mL盐酸（3.4），低温加热至溶解完全，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。再将此溶液用盐酸（3.5）稀释成1mL含50μg氧化镱的标准溶液。
	19. 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）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]置于100mL烧杯中，加入10mL盐酸（3.4），低温加热至溶解完全，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。再将此溶液用盐酸（3.5）稀释成1mL含50μg氧化镥的标准溶液。
	20. 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）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]置于100mL烧杯中，加入10mL盐酸（3.4），低温加热至溶解完全，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。再将此溶液用盐酸（3.5）稀释成1mL含50μg氧化钇的标准溶液。
	21. 1＃标准贮存溶液：称取0.7500g经950℃灼烧的氧化铈[*w*（CeO2/REO）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]和0.2500g经950℃灼烧的氧化镧[*w*（La2O3/REO）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]，置于200mL烧杯中，加入20mL硝酸（3.6），滴加过氧化氢（3.1），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
	22. 2＃标准贮存溶液：称取0.7000g经950℃灼烧的氧化铈[*w*（CeO2/REO）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]和0.2870g经950℃灼烧的氧化镧[*w*（La2O3/REO）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]，置于200mL烧杯中，加入20mL硝酸（3.6），滴加过氧化氢（3.1），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
	23. 3＃标准贮存溶液：称取0.6500g经950℃灼烧的氧化铈[*w*（CeO2/REO）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]和0.3240g经950℃灼烧的氧化镧[*w*（La2O3/REO）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]，置于200mL烧杯中，加入20mL硝酸（3.6），滴加过氧化氢（3.1），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
	24. 4＃标准贮存溶液：称取0.6000g经950℃灼烧的氧化铈[*w*（CeO2/REO）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]和0.3610g经950℃灼烧的氧化镧[*w*（La2O3/REO）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]，置于200mL烧杯中，加入20mL硝酸（3.6），滴加过氧化氢（3.1），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
	25. 5＃标准贮存溶液：称取0.5500g经950℃灼烧的氧化铈[*w*（CeO2/REO）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]和0.3980g经950℃灼烧的氧化镧[*w*（La2O3/REO）≥99.99%，*w*（REO）≥99.5%]，置于200mL烧杯中，加入20mL硝酸（3.6），滴加过氧化氢（3.1），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
	26. 氩气[w（Ar）≥99.99％]。

# 4 仪器

4.1 电感耦合等离子体发射光谱仪：分辨率<0.006nm（200nm处）

4.2 光源：氩等离子体光源。

# 5 试样

1. 氯化镧铈试样的制备：将试样破碎，迅速置于称量瓶中，立即称量。
2. 碳酸镧铈试样的制备：试样开封后立即称量。
3. 氧化镧铈试样的制备：试样于105℃烘1 h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。
4. 镧铈金属试样的制备：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**

6.1.1 氯化物试料

称取2.00g试样（5.1），精确至0.0001g。

6.1.2 碳酸盐试料

称取2.00g试样（5.2），精确至0.0001g。

6.1.3 氧化物试料

称取0.25g试样（5.3），精确至0.0001g。

6.1.4 金属试料

称取 0.20g试样（5.4），精确至0.0001g。

**6.2 测定次数**

称取二份试料（6.1），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 将试料（6.1.1， 6.1.2）于100 mL烧杯中，加入少量水和10mL硝酸（3.6），加热至完全溶解(必要时滴加过氧化氢），冷却后移入200mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.4.2 将试料（6.1.3， 6.1.4）于100 mL烧杯中，加入少量水和5mL硝酸（3.6），并滴加过氧化氢，加热至完全溶解，冷却后移入50mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.4.3 按照试料中所含氧化稀土总量，分取一定体积试液于50mL容量瓶中,以硝酸（3.7）稀释至刻度，混匀，使得试液中稀土总量约为0.2mg/mL。待测。

**6.5 标准系列溶液的配制**

按表2准确称取各贮存溶液于5个不同的250mL容量瓶中，用硝酸（3.7）稀释至刻度，混匀。各标准配分量见表3。

表2 标准系列溶液的配置

|  |  |
| --- | --- |
| 标液标号 | 分取各贮存液体积/mL |
| 3.8 | 3.9 |  3.10  | 3.11 | 3.12 | 3.13 | 3.14 | 3.15 | 3.16 |
| 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 1.00  | 1.00  | 1.00  | 1.00  | 1.00  | 1.00  | 1.00  | 1.00  | 1.00  |
| 3 | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  |
| 4 | 3.00  | 3.00  | 3.00  | 3.00  | 3.00  | 3.00  | 3.00  | 3.00  | 3.00  |
| 5 | 4.00  | 4.00  | 4.00  | 4.00  | 4.00  | 4.00  | 4.00  | 4.00  | 4.00  |
| 标液标号 | 分取各贮存液体积/mL |
| 3.17 | 3.18 | 3.19 | 3.20  | 3.21 | 3.22 | 3.23 | 3.24 | 3.25 |
| 1 | 0 | 0 | 0 | 0 |  5.0  | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 1.00  | 1.00  | 1.00  | 1.00  | 0 | 5.0  | 0  | 0  | 0  |
| 3 | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 2.00  | 0 | 0  | 5.0  | 0 | 0  |
| 4 | 3.00  | 3.00  | 3.00  | 3.00  | 0  | 0  | 0  | 5.0  | 0  |
| 5 | 4.00  | 4.00  | 4.00  | 4.00  | 0  | 0 | 0 | 0 | 5.0  |

表3标准系列溶液稀土分量

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 标准溶液标号 | 各稀土分量(%) |  |
| La2O3 | CeO2 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 | Tb4O7 | Dy2O3 | Ho2O3 | Er2O3 | Tm2O3 | Yb2O3 | Lu2O3 | Y2O3 | 合计 |
| 1 | 25.00 | 75.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 100 |
| 2 | 28.70 | 70.00 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 100 |
| 3 | 32.40 | 65.00 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 100 |
| 4 | 36.10 | 60.00 | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 100 |
| 5 | 39.80 | 55.00 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 100 |

**6.6 测定**

6.6.1 推荐分析线见表4。

表4推荐分析线

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 分析线/nm | 元素 | 分析线/nm |
| LaCePrNdSmEuGdTb | 398.852,408.671,333.749413.765,446.021410.075,406.281406.109,430.357443.432381.966，272.778310.050,301.013332.440 | DyHoErTmYbLuY | 353.170,340.780345.600326.478313.126328.937261.542371.029,377.433 |

6.6.2 将空白溶液（6.3），分析试液（6.4）与标准系列溶液（6.5）同时进行氩等离子体光谱测定。

# 7 分析结果的计算与表述

按式（1）计算待测稀土单质的配分量（%）：

  ……………………………（1）

式中：

 *ki*——各稀土元素氧化物与其单质的换算系数见表5。计算氧化物配分时，*ki=1;*

 *ρi*——某稀土氧化物配分量（%）

*ρ*0——空白溶液中待测稀土元素氧化物的配分量(%)

∑(ki×*ρ*j）——稀土元素单质的配分量之和。

表5换算系数

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | ki | 元素 | ki |
| LaCePrNdSmEuGdTb | 0.85260.81400.82770.85730.86230.86360.86760.8502 | DyHoErTmYbLuY | 0.87130.87300.87450.87560.87820.87920.7874 |

# 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6数据采用线性内插法求得：

表 6重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 被测元素 | 质量分数/% | 重复性限(r) | 被测元素 | 质量分数/% | 重复性限(r) |
| 氧化镧 |  |  | 氧化镝 |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| 氧化铈 |  |  | 氧化钬 |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| 氧化镨 |  |  | 氧化铒 |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| 氧化钕 |  |  | 氧化铥 |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| 氧化钐 |  |  | 氧化镱 |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| 氧化铕 |  |  | 氧化镥 |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| 氧化钆 |  |  | 氧化钇 |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| 氧化铽 |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| 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7所列允许差。

表 7允许差

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 被测元素 | 配分量/% | 允许差（*r*）/% |
| 氧化镧氧化铈 |  |  |
| 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氧化钇 |  |  |