

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 ~ 70.00  0.010~ 0.40  0.010~ 0.40  0.010~ 0.40  0.010~ 0.40  0.010~ 0.40  0.010~ 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~ 0.40  0.010~ 0.40  0.010~ 0.40  0.010~ 0.40  0.010~ 0.40  0.010~ 0.40  0.010~ 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 |
| La  Ce  Pr  Nd  Sm  Eu  Gd  Tb | 398.852,408.671,333.749  413.765,446.021  410.075,406.281  406.109,430.357  443.432  381.966，272.778  310.050,301.013  332.440 | Dy  Ho  Er  Tm  Yb  Lu  Y | 353.170,340.780  345.600  326.478  313.126  328.937  261.542  371.029,377.433 |

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 |
| La  Ce  Pr  Nd  Sm  Eu  Gd  Tb | 0.8526  0.8140  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 |  |  |