201×-××-××实施

201×-××-××发布

富钇富集物化学分析方法

十五个稀土元素氧化物配分量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

Chemical analysis method of concentrates of yttrium－

Determination of fifteen rare earth oxide relative contents-

Inductively coupled plasma optical emission spectrometry

（预审稿）

中华人民共和国稀土行业标准

ICS 77.120.99

H65

XB

XB/T XXXX—202X

**中华人民共和国工业和信息化部** 发布

前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

1. 引　　言

富钇富集物作为稀土上游冶炼分离的中间产品，它和其它稀土矿产品一样，是重单一稀土分离的原料。本文件编制过程中，考虑了样品的均匀性、样品分解酸用量及共存离子的干扰情况，选择了合适仪器条件和分析谱线，从而确定了测定富钇富集物中十五个稀土元素氧化物配分量的最佳条件，该方法具有操作简便快捷、精密度和准确度高的优点。

本文件根据最新的标准化文件的结构和起草规则编写，所有标准方法均通过多家实验室试验、验证，在标准中给出了覆盖测量范围的重复性限、再现性限，使方法的精密度要求更趋于完善。

富钇富集物化学分析方法

十五个稀土元素氧化物配分量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

1. 范围

本文件规定了富钇富集物(氧化物富集物、碳酸盐富集物、液体富集物)中十五个稀土元素氧化物配分量的测定方法。

本文件适用于富钇富集物(氧化物富集物、碳酸盐富集物、液体富集物)中十五个稀土元素氧化物配分量的测定。测定范围见表1。

表1测定范围

|  |  |
| --- | --- |
| 稀土氧化物 | 测定范围（配分量）/% |
| 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 | 0.10~2.00 |
| 氧化铥、氧化镥 | 0.10~5.00 |
| 氧化钬、氧化镱 | 0.10~10.00 |
| 氧化铒 | 0.10~15.00 |
| 氧化钇 | 55.00~90.00 |

1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6628 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4.方法原理

样品以盐酸溶解，在稀盐酸介质中，直接以氩等离子光源激发，进行光谱测定。

5试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上试剂和符合GB/T 6682规定的二级及以上蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。优先使用有证标准溶液。

5.1 过氧化氢（30%）。

5.2 盐酸（1+1）。

5.3 盐酸（1+19）。

5.4 硝酸（1+1）。

5.5 氧化镧[*ω*(REO)>99.50%，*ω*(La2O3/REO)>99.99%]。

5.6 氧化铈[*ω*(REO)>99.50%，*ω*(CeO2/REO)>99.99%]。

5.7 氧化镨[*ω*(REO)>99.50%，*ω*(Pr6O11/REO)>99.99%]。

5.8 氧化钕[*ω*(REO)>99.50%，*ω*(Nd2O3/REO)>99.99%]。

5.9 氧化钐[*ω*(REO)>99.50%，*ω*(Sm2O3/REO)>99.99%]。

5.10 氧化铕[*ω*(REO)>99.50%，*ω*(Eu2O3/REO)>99.99%]。

5.11 氧化钆[*ω*(REO)>99.50%，*ω*(Gd2O3/REO)>99.99%]。

5.12 氧化铽[*ω*(REO)>99.50%，*ω*(Tb4O7/REO)>99.99%]。

5.13 氧化镝[*ω*(REO)>99.50%，*ω*(Dy2O3/REO)>99.99%]。

5.14 混合稀土标准溶液：分别准确称取0.1000 g于950 ℃灼烧1 h的单一稀土氧化物（5.5～5.13）于同一200 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（5.4），1 mL过氧化氢（5.1），低温加热至溶解完全。冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含稀土氧化物各1 mg。移取10.00 mL至100 mL容量瓶中，用盐酸（5.3）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含稀土氧化物各100 µg。

5.15 氧化钬标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1 h的氧化钬[*ω*（REO）≥99.50%,*ω*（Ho2O3/REO）≥99.99%]，置于100 mL烧杯中，加10 mL盐酸（5.2），低温加热至溶解完全。冷却至室温，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。移取20.00 mL至100 mL容量瓶中，用盐酸（5.3）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含200 µg氧化钬。

5.16 氧化铒标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1 h的氧化铒[*ω*（REO）≥99.50%,*ω*（Er2O3/REO）≥99.99%]，置于100 mL烧杯中，加10 mL盐酸（5.2），低温加热至溶解完全。冷却至室温，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。移取20.00 mL至100 mL容量瓶中，用盐酸（5.3）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含200 µg氧化铒。。

5.17 氧化铥标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1 h的氧化铥[*ω*（REO）≥99.50%,*ω*（Tm2O3/REO）≥99.99%]，置于100 mL烧杯中，加10 mL盐酸（5.2），低温加热至溶解完全。冷却至室温，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。移取10.00 mL至100 mL容量瓶中，用盐酸（5.3）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 µg氧化铥。

5.18 氧化镱标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1 h的氧化镱[*ω*（REO）≥99.50%,*ω*（Yb2O3/REO）≥99.99%]，置于100 mL烧杯中，加10 mL盐酸（5.2），低温加热至溶解完全。冷却至室温，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。移取20.00 mL至100 mL容量瓶中，用盐酸（5.3）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含200 µg氧化镱。

5.19 氧化镥标准贮存溶液：称取0.1000 g经950 ℃灼烧1 h的氧化镥[*ω*（REO）≥99.50%,*ω*（Lu2O3/REO）≥99.99%]，置于100 mL烧杯中，加10 mL盐酸（5.2），低温加热至溶解完全。冷却至室温，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。移取10.00 mL至100 mL容量瓶中，用盐酸（5.3）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 µg氧化镥。

5.20 氧化钇标准贮存溶液：称取1.0000 g经950 ℃灼烧1 h的氧化钇[*ω*（REO）≥99.50%,*ω*（Y2O3/REO）≥99.99%]，置于100 mL烧杯中，加30 mL盐酸（5.2），低温加热至溶解完全。冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 mg氧化钇。移取10.00 mL至100 mL容量瓶中，用盐酸（5.3）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1mg氧化钇。

5.21 氩气（体积分数>99.99%）。

6仪器设备

6.1 电子天平：分度值0.1 mg。

6.2 电感耦合等离子体发射光谱仪，在仪器最佳工作条件下，满足以下条件：

——分辨率：小于0.006 nm（200 nm处）。

——重复性：用1.00 mg/L的铜标准溶液，连续10次测量标准溶液，计算10次测量值的相对标准偏差（RSD）≤1.5 %。

——稳定性：用1.00 mg/L的铜标准溶液，在不少于2 h内，间隔15 min以上，重复6次测量标准溶液，计算6次测量值的相对标准偏差（RSD）≤2.0 %。

6.3 氩等离子体光源，使用功率不大于2 kW。

7 样品

7.1固体富钇氧化物富集物的试样于950 ℃灼烧1 h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量；

7.2固体富钇碳酸盐富集物的试样开封后立即称量；

7.3液体富钇富集物试样摇匀后分取。

8 试验步骤

8.1 试料

8.1.1固体富钇氧化物富集物的试样称取0.20 g试样(7.1),精确至0.0001 g。

8.1.2固体富钇碳酸盐富集物的试样:称取10.00 g试样(7.2),精确至0.0001 g。

8.1.3液体富钇富集物:准确移取一定体积的试液(7.3),精确至0.01 mL。

8.2 平行试验

平行做两份试验。

8.3 空白试验

随同试样做空白试验。

8.4 分析试液的制备

8.4.1将试料(8.1.1)置于100 mL烧杯中，加2~3 mL水润湿，加10 mL盐酸(5.2)，1 mL过氧化氢（5.1），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

8.4.2将试料(8.1.2)置于250 mL烧杯中，加2~3 mL水润湿，加人30 mL盐酸(5.2) ，1 mL过氧化氢（5.1），加热分解至试料溶解完全，移入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移取20.00 mL该溶液于250 mL容量瓶中，加人10 mL盐酸(5.2) ，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.3将试液(8.1.3)移入容量瓶中，加入10 mL盐酸(5.2) ，用水稀释至刻度，混匀。使试液中稀土氧化物总浓度约为2 mg/mL。

8.4.4将试液(8.4.1、8.4.2、8.4.3)各移取10.00 mL，移入100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸(5.2) ，用水稀释至刻度，混匀，待用。

8.5系列标准溶液的配制

按表2准确移取相应的稀土氧化物标准溶液（5.14～5.20）于6个100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸(5.2)，用水稀释至刻度，混匀，待用。系列标准溶液浓度见表3。

表2 移取标准溶液体积

单位为毫升

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液标号 | 氧化钇标准贮存溶液 | 稀土混合标准溶液 | 氧化钬标准贮存溶液 | 氧化铒标准贮存溶液 | 氧化铥标准贮存溶液 | 氧化镱标准贮存溶液 | 氧化镥标准贮存溶液 |
| 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

表2 移取标准溶液体积（续）

单位为毫升

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液标号 | 氧化钇标准贮存溶液 | 稀土混合标准溶液 | 氧化钬标准贮存溶液 | 氧化铒标准贮存溶液 | 氧化铥标准贮存溶液 | 氧化镱标准贮存溶液 | 氧化镥标准贮存溶液 |
| 2 | 18.85 | 0.50 | 1.00 | 1.00 | 0.50 | 1.00 | 0.50 |
| 3 | 16.80 | 1.00 | 2.50 | 5.50 | 1.00 | 2.50 | 1.00 |
| 4 | 13.60 | 2.00 | 6.00 | 10.00 | 2.00 | 5.00 | 2.00 |
| 5 | 10.80 | 3.00 | 7.50 | 12.50 | 5.00 | 7.50 | 5.00 |
| 6 | 7.40 | 4.00 | 10.00 | 15.00 | 10.00 | 10.00 | 10.00 |

表3 系列标准溶液浓度

单位为微克每毫升

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液  标号 | 各单一稀土（以氧化物计）质量浓度 | | | | | | | | | | | | | | |
| Y2O3 | La2O3 | CeO2 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 | Tb4O7 | Dy2O3 | Ho2O3 | Er2O3 | Tm2O3 | Yb2O3 | Lu2O3 |
| 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 188.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 2.0 | 2.0 | 0.5 | 2.0 | 0.5 |
| 3 | 168.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 5.0 | 11.0 | 1.0 | 5.0 | 1.0 |
| 4 | 136.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 12.0 | 20.0 | 2.0 | 10.0 | 2.0 |
| 5 | 108.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 15.0 | 25.0 | 5.0 | 15.0 | 5.0 |
| 6 | 74.0 | 4.0 | 4.0 | 4.0 | 4.0 | 4.0 | 4.0 | 4.0 | 4.0 | 4.0 | 20.0 | 30.0 | 10.0 | 20.0 | 10.0 |

8.6 分析测定

将分析试液（8.4.4）与系列标准溶液（8.5）同时进行氩等离子体光谱测定，推荐分析线见表4。

表4 推荐的分析谱线

单位为纳米

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 分析线 | 元素 | 分析线 |
| La | 379.477 | Dy | 353.171 |
| Ce | 413.380 | Ho | 345.600 |
| Pr | 422.293 | Er | 369.265 |
| Nd | 401.225 | Tm | 313.126 |
| Sm | 428.078 | Yb | 289.138 |
| Eu | 412.970 | Lu | 261.542 |
| Gd | 310.050 | Y | 371.029、320.332 |
| Tb | 332.440 | \ | \ |

9试验数据处理

待测稀土元素的氧化物配分量计，按公式(1)计算：

………………………………………………………（1）

式中：

——待测稀土元素的氧化物量；

——空白试液的氧化物量；

——各稀土元素氧化物量之和。

两次平行测定结果的绝对差值不大于表5中相应重复性限时，取其平均值为测定结果，所得结果保留至小数点后两位，数值修约按GB/T 8170的规定执行。

10 精密度

10.1精密度原始数据及统计

精密度数据是在2022年，由7家实验室对富钇富集物中十五个稀土元素氧化物配分量的6个不同水平样品进行协同试验确定的。每个实验室对富钇富集物中十五个稀土元素氧化物配分量的每个水平在重复性条件下独立测定11次。试验数据按GB/T 6379.2进行统计分析。

10.2 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或外延法求得：

表5 重复性限

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 稀土氧化物 | 配分量/% | 重复性限/% |
| 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 | 0.10~2.00 |  |
| 氧化铥、氧化镥 | 0.10~5.00 |  |
| 氧化钬、氧化镱 | 0.10~10.00 |  |
| 氧化铒 | 0.10~15.00 |  |
| 氧化钇 | 55.00~90.00 |  |

10.3 再现性

在再现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，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表6数据采用线性内插法或外延法求得：

表6 再现性限

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 稀土氧化物 | 配分量/% | 再现性限/% |
| 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 | 0.10~2.00 |  |
| 氧化铥、氧化镥 | 0.10~5.00 |  |
| 氧化钬、氧化镱 | 0.10~10.00 |  |
| 氧化铒 | 0.10~15.00 |  |
| 氧化钇 | 55.00~90.00 |  |

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

——试样；

——使用的标准（包括发布或出版年号）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

12 质量保证与控制

定期用自制的控制标样(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。