



中华人民共和国国家标准

GB/T 18882.1—2008
代替 GB/T 18882.2~18882.3—2002

离子型稀土矿混合稀土氧化物 化学分析方法 十五个稀土元素氧化物配分量的测定

Chemical analysis methods of mixed rare earth oxide
of ion-absorbed type RE ore—
Determination of fifteen REO relative content

2008-06-17 发布

2008-12-01 实施

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

前 言

本标准共分两个部分。第1部分 GB/T 18882.1—2008《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法 十五个稀土元素氧化物的配分量的测定》；第2部分 GB/T 18882.2—2008《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法 三氧化二铝量的测定》。

本部分是第1部分。本部分是对 GB/T 18882.2—2002《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法 X-射线荧光光谱法测定十五个稀土元素氧化物的配分量》和 GB/T 18882.3—2002《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法 电感耦合等离子体发射光谱法测定十五个稀土元素氧化物的配分量》的整合修订。本部分与 GB/T 18882.2—2002、GB/T 18882.3—2002 相比主要变化如下：

- 电感耦合等离子体发射光谱法增加了4条参考谱线，分别为 La379.477 nm、Ce413.380 nm、Pr422.293 nm、Sm428.078 nm；
- 对标准文本进行编辑性修改；
- 增加了精密度(重复性)条款。

两个方法的分析范围出现重叠时，以方法1作为仲裁方法。

本部分由国家发展和改革委员会稀土办公室提出。

本部分由全国稀土标准化技术委员会归口。

本部分由赣州有色冶金研究所负责起草。

本部分方法1由北京有色金属研究总院参加起草。

本部分方法2由广东珠江稀土有限公司、宜兴新威利成稀土有限公司、江阴加华新材料资源有限公司、赣州虔东(实业)有限公司参加起草。

本部分方法1主要起草人：钟道国、潘建忠。

本部分方法2主要起草人：张少夫、刘鸿、吕道荣。

本部分参加起草人：宋永清、宋耀、蒋伟、何凤娟、温斌。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 18882.2—2002；
- GB/T 18882.3—2002。

离子型稀土矿混合稀土氧化物 化学分析方法 十五个稀土元素氧化物配分量的测定

方法 1 X-射线荧光光谱法

1 范围

本方法规定了离子型稀土矿混合稀土氧化物中十五个稀土元素氧化物配分量的测定方法。

本方法适用于离子型稀土矿混合稀土氧化物($\text{TREO} \geq 80\%$)中十五个稀土元素氧化物配分量的测定。测定范围(质量分数): $0.20\% \sim 99.00\%$ 。

2 方法原理

试样经盐酸溶解蒸至近干,加入钪内标溶液,制成薄样,按分析条件测量待测元素分析特征线和内标元素特征线的 X 射线荧光强度比值。根据该比值与待测元素含量之间的线性关系,选择相应的数学模型,计算出待测元素的相对含量。

3 试剂与材料

3.1 氧化钇($\text{REO} > 99.5\%$, $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{REO} > 99.99\%$)。

3.2 氧化镧($\text{REO} > 99.5\%$, $\text{La}_2\text{O}_3/\text{REO} > 99.99\%$)。

3.3 氧化铈($\text{REO} > 99.5\%$, $\text{CeO}_2/\text{REO} > 99.99\%$)。

3.4 氧化镨($\text{REO} > 99.5\%$, $\text{Pr}_6\text{O}_{11}/\text{REO} > 99.99\%$)。

3.5 氧化钕($\text{REO} > 99.5\%$, $\text{Nd}_2\text{O}_3/\text{REO} > 99.99\%$)。

3.6 氧化钐($\text{REO} > 99.5\%$, $\text{Sm}_2\text{O}_3/\text{REO} > 99.99\%$)。

3.7 氧化铈($\text{REO} > 99.5\%$, $\text{Eu}_2\text{O}_3/\text{REO} > 99.99\%$)。

3.8 氧化钆($\text{REO} > 99.5\%$, $\text{Gd}_2\text{O}_3/\text{REO} > 99.99\%$)。

3.9 氧化铽($\text{REO} > 99.5\%$, $\text{Tb}_4\text{O}_7/\text{REO} > 99.99\%$)。

3.10 氧化镝($\text{REO} > 99.5\%$, $\text{Dy}_2\text{O}_3/\text{REO} > 99.99\%$)。

3.11 氧化钬($\text{REO} > 99.5\%$, $\text{Ho}_2\text{O}_3/\text{REO} > 99.99\%$)。

3.12 氧化铒($\text{REO} > 99.5\%$, $\text{Er}_2\text{O}_3/\text{REO} > 99.99\%$)。

3.13 氧化镱($\text{REO} > 99.5\%$, $\text{Tm}_2\text{O}_3/\text{REO} > 99.99\%$)。

3.14 氧化镱($\text{REO} > 99.5\%$, $\text{Yb}_2\text{O}_3/\text{REO} > 99.99\%$)。

3.15 氧化镱($\text{REO} > 99.5\%$, $\text{Lu}_2\text{O}_3/\text{REO} > 99.99\%$)。

3.16 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.17 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

3.18 过氧化氢(30%)。

3.19 偏钒酸铵。

3.20 盐酸(1+1)。

3.21 单一稀土标准贮存溶液:分别称取 1.0000 g 于 950°C 灼烧 1 h 后置干燥器中冷却至室温的各单一稀土氧化物(3.1~3.15)于 200 mL 烧杯中。除氧化铈外,其他稀土氧化物用水湿润,加入 15 mL 盐

酸(3.20),低温加热溶解清亮,冷却后分别移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸(1+19)定容,混匀。将氧化铈置于 300 mL 烧杯中,用水湿润,先用 10 mL 硝酸(3.17)和少量过氧化氢(3.18)低温分解清亮(不清亮可重复操作),再加入盐酸(3.20)和过氧化氢(3.18)反复蒸干几次,将硝酸盐转化成氯化物,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸(1+19)定容混匀;以上溶液 1 mL 各含 10 mg 单一稀土氧化物。

3.22 单一稀土标准溶液:分别移取 10.00 mL 单一稀土标准贮存溶液(3.21)于 15 个 200 mL 容量瓶中,用盐酸(1+19)定容,混匀。此溶液 1 mL 各含 0.50 mg 单一稀土氧化物。

3.23 钒内标溶液:称取 15.435 6 g 已于 105℃烘 1 h 的偏钒酸铵(3.19)于 400 mL 烧杯中,加入一定量的水,加热溶解完全,冷却后移入 2 000 mL 容量瓶中,先加入约 1 500 mL 水,再加入 60 mL 盐酸(3.16),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 6.00 mg 五氧化二钒。

3.24 滤纸:φ50 mm,快速定性。

3.25 P10 氙-甲烷气体:10%甲烷+90%氙气。

4 仪器与设备

4.1 X 射线荧光光谱仪:X 光管功率≥3kW,带专用计算机。

4.2 分光晶体:LiF200。

5 试样

将试样研磨后,在干燥箱内于 105℃烘 1 h,并置于干燥器内冷却至室温备用。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.100 0 g 试样(5)。

6.2 测定数量

称取两份试料(6.1),进行平行测定,取其平均值。

6.3 试样片的制备

将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(3.20)和少许过氧化氢(3.18),于低温电炉溶解清亮,蒸至近干,冷却至室温后加入 5.0 mL 钒内标溶液(3.23),溶解清亮,混匀。移取 0.30 mL 试液,均匀滴在平铺于玻璃板上的滤纸片(3.24)上,放置 20 min,在红外线下烘干,待测。每份试料制备 2 片样片。

6.4 标准样片的制备

按表 1 分别移取单一稀土标准贮存溶液(3.21)或单一稀土标准溶液(3.22)置于 100 mL 烧杯中,蒸至近干,冷却至室温后加入 5.0 mL 钒内标溶液(3.23),溶解清亮,混匀。移取 0.30 mL 该溶液,均匀滴在平铺于玻璃板上的滤纸(3.24)上,放置 20 min,在红外线下烘干,待测。

表 1

标液 编号	稀土氧化物量/mg														
	Y ₂ O ₃	La ₂ O ₃	CeO ₂	Pr ₆ O ₁₁	Nd ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Eu ₂ O ₃	Gd ₂ O ₃	Tb ₄ O ₇	Dy ₂ O ₃	Ho ₂ O ₃	Er ₂ O ₃	Tm ₂ O ₃	Yb ₂ O ₃	Lu ₂ O ₃
1	100	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
2	—	100	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
3	—	—	100	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
4	—	—	—	100	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
5	—	—	—	—	100	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
6	—	—	—	—	—	100	—	—	—	—	—	—	—	—	—

表 1 (续)

标液 编号	稀土氧化物量/mg														
	Y ₂ O ₃	La ₂ O ₃	CeO ₂	Pr ₆ O ₁₁	Nd ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Eu ₂ O ₃	Gd ₂ O ₃	Tb ₄ O ₇	Dy ₂ O ₃	Ho ₂ O ₃	Er ₂ O ₃	Tm ₂ O ₃	Yb ₂ O ₃	Lu ₂ O ₃
7	—	—	—	—	—	—	100	—	—	—	—	—	—	—	—
8	—	—	—	—	—	—	—	100	—	—	—	—	—	—	—
9	—	—	—	—	—	—	—	—	100	—	—	—	—	—	—
10	—	—	—	—	—	—	—	—	—	100	—	—	—	—	—
11	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	100	—	—	—	—
12	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	100	—	—	—
13	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	100	—	—
14	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	100	—
15	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	100
16	50.00	—	—	—	50.00	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
17	—	50.00	—	—	—	50.00	—	—	—	—	—	—	—	—	—
18	—	—	50.00	—	50.00	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
19	—	—	—	50.00	—	—	—	—	—	—	50.00	—	—	—	—
20	—	—	—	—	—	—	50.00	—	—	—	—	—	50.00	—	—
21	—	—	—	—	—	—	—	50.00	—	—	—	—	—	50.00	—
22	—	—	—	—	—	—	—	—	50.00	—	—	—	—	—	50.00
23	—	—	—	—	—	—	—	—	—	50.00	—	50.00	—	—	—
24	—	25.00	25.00	—	25.00	25.00	—	—	—	—	—	—	—	—	—
25	—	—	—	25.00	—	—	—	25.00	—	—	25.00	—	—	25.00	—
26	—	—	—	—	—	—	25.00	—	25.00	—	—	—	25.00	—	25.00
27	25.00	—	—	—	25.00	—	—	—	—	25.00	—	25.00	—	—	—
28	—	12.50	12.50	12.50	12.50	12.50	—	12.50	—	—	12.50	—	—	12.50	—
29	12.50	—	—	—	12.50	—	12.50	—	12.50	12.50	—	12.50	12.50	—	12.50
30	6.667	6.667	6.667	6.667	6.667	6.667	6.667	6.667	6.667	6.667	6.667	6.667	6.667	6.667	6.667
31	58.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00
32	3.00	3.00	3.00	3.00	58.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00
33	86.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
34	1.00	1.00	1.00	1.00	86.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
35	93.00	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
36	0.50	0.50	0.50	0.50	93.00	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
37	95.80	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	0.30
38	0.30	0.30	0.30	0.30	95.80	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30
39	98.60	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	0.10
40	0.10	0.10	0.10	0.10	98.60	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10

6.5 监控样的制备

按表 2 分别移取单一稀土氧化物标准贮存溶液(3.21)或单一稀土标准溶液(3.22)置于 100 mL 烧杯中,按(6.4)制备样片。

表 2

控样 编号	稀土氧化物量/mg														
	Y ₂ O ₃	La ₂ O ₃	CeO ₂	Pr ₆ O ₁₁	Nd ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Eu ₂ O ₃	Gd ₂ O ₃	Tb ₄ O ₇	Dy ₂ O ₃	Ho ₂ O ₃	Er ₂ O ₃	Tm ₂ O ₃	Yb ₂ O ₃	Lu ₂ O ₃
1	9.00	36.50	3.00	9.00	30.00	4.70	0.50	3.50	0.5	2.00	0.30	0.50	0	0.50	0
2	30.00	25.00	1.40	5.00	18.00	4.00	1.00	5.00	1.00	4.00	1.00	2.00	0.30	2.00	0.30
3	61.00	2.00	0.30	1.00	4.50	3.00	0.20	6.00	1.00	8.00	1.50	5.00	1.00	4.50	1.00

6.6 分析条件

激发电压:50 kV,激发电流:50 mA,细准直器,LiF200 晶体,FC-SC 计数器联用,真空光路,其他条件见表 3。

表 3

元 素	V	Y	La	Ce	Pr	Nd	Sm	Eu
分析线	K _{β1}	K _{α1}	L _{α1}	L _{α1}	L _{β1}	L _{α1}	L _{β1}	L _{α1}
2θ°	69.15	23.76	82.91	79.05	68.25	72.16	59.53	63.58
测量时间/s	30	20	30	30	30	30	20	20
元素	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu
分析线	L _{α1}	L _{α1}	L _{α1}	L _{β1}	L _{β1}	L _{α1}	L _{α1}	L _{β1}
2θ°	61.13	58.85	56.52	48.32	46.44	50.80	49.06	41.40
测量时间/s	20	20	20	20	20	20	20	20

6.7 谱线干扰校正因子的计算

按式(1)计算扣除谱线干扰。

$$I_n = I_i - \sum L_{ij} \times I_j \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- I_n——分析特征线的净强度;
- I_i——分析特征线的测量强度;
- L_{ij}——元素 j 对元素 i 的谱线干扰系数;
- I_j——元素 j 的分析特征线测量强度。

6.8 回归分析

按仪器分析条件(6.6)测定标样(6.4),由仪器所带的计算机将测得标样(6.4)各元素特征线与内标元素特征线的强度比,按选用的数学模型进行回归计算,所得系数保存在计算机中。

6.9 测定

按照分析条件(6.6)先测定监控样(6.5),测定结果满足允许差要求后再测定试样片(6.3)。

7 分析结果的计算与表述

7.1 按式(2)计算各待测元素归一化前的氧化物质量分数 w'_i,数值以%表示:

$$w'_i = \left(k_i \times \frac{I_n}{I_v} + b_i\right) \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- b_i ——某稀土元素工作曲线截距；
- k_i ——某稀土元素工作曲线斜率；
- I_n ——某稀土元素分析特征线强度；
- I_v ——内标元素特征线强度。

7.2 按式(3)计算归一化后某稀土元素的氧化物配分量 w_i ，数值以％表示：

$$w_i = \frac{w'_i}{\sum w_j} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- w'_i ——某稀土元素归一化前的氧化物质量分数；
- $\sum w_j$ ——稀土元素归一化前的氧化物质量分数之和。

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 4 数据采用线性内插法求得：

表 4

稀土氧化物	稀土氧化物质量分数/％	重复性限(r)/％
Y ₂ O ₃ 、La ₂ O ₃ 、CeO ₂ 、Pr ₆ O ₁₁ 、Nd ₂ O ₃ 、 Sm ₂ O ₃ 、Eu ₂ O ₃ 、Gd ₂ O ₃ 、Tb ₄ O ₇ 、Dy ₂ O ₃ 、 Ho ₂ O ₃ 、Er ₂ O ₃ 、Tm ₂ O ₃ 、Yb ₂ O ₃ 、Lu ₂ O ₃	1.98	0.09
	8.56	0.16
	22.94	0.22
	64.58	0.32
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应不大于表 5 所列的允许差。

表 5

稀土氧化物	质量分数/％	允许差/％
Y ₂ O ₃ 、La ₂ O ₃ 、CeO ₂ 、Pr ₆ O ₁₁ 、Nd ₂ O ₃ 、 Sm ₂ O ₃ 、Eu ₂ O ₃ 、Gd ₂ O ₃ 、Tb ₄ O ₇ 、Dy ₂ O ₃ 、 Ho ₂ O ₃ 、Er ₂ O ₃ 、Tm ₂ O ₃ 、Yb ₂ O ₃ 、Lu ₂ O ₃	0.20～0.50	0.04
	>0.50～1.00	0.06
	>1.00～3.00	0.15
	>3.00～10.00	0.30
	>10.00～20.00	0.40
	>20.00～40.00	0.60
	>40.00～60.00	0.70
	>60.00～99.00	0.80

9 质量保证和控制

分析时，用标准样品或控制样品进行校核，或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。

方法 2 电感耦合等离子体发射光谱法

10 范围

本方法规定了离子型稀土矿混合稀土氧化物中十五个稀土元素氧化物配分量的测定方法。

本方法适用于离子型稀土矿混合稀土氧化物中十五个稀土元素氧化物配分量的测定。测定范围(质量分数):0.20%~80.00%。

11 方法原理

试样经盐酸分解,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。

12 试剂与材料

12.1 氧化钇(REO>99.5%, Y_2O_3 /REO>99.99%)。

12.2 氧化镧(REO>99.5%, La_2O_3 /REO>99.99%)。

12.3 氧化铈(REO>99.5%, CeO_2 /REO>99.99%)。

12.4 氧化镨(REO>99.5%, Pr_6O_{11} /REO>99.99%)。

12.5 氧化钕(REO>99.5%, Nd_2O_3 /REO>99.99%)。

12.6 氧化钐(REO>99.5%, Sm_2O_3 /REO>99.99%)。

12.7 氧化铕(REO>99.5%, Eu_2O_3 /REO>99.99%)。

12.8 氧化钆(REO>99.5%, Gd_2O_3 /REO>99.99%)。

12.9 氧化铽(REO>99.5%, Tb_4O_7 /REO>99.99%)。

12.10 氧化镝(REO>99.5%, Dy_2O_3 /REO>99.99%)。

12.11 氧化钬(REO>99.5%, Ho_2O_3 /REO>99.99%)。

12.12 氧化铒(REO>99.5%, Er_2O_3 /REO>99.99%)。

12.13 氧化铥(REO>99.5%, Tm_2O_3 /REO>99.99%)。

12.14 氧化镱(REO>99.5%, Yb_2O_3 /REO>99.99%)。

12.15 氧化镥(REO>99.5%, Lu_2O_3 /REO>99.99%)。

12.16 过氧化氢(30%)。

12.17 盐酸(1+1)。

12.18 氩气(>99.99%)。

12.19 稀土氧化物混合标准贮存溶液:根据表 6 称取相应量的单一稀土氧化物(12.1~12.15,经 950℃灼烧 1h 于干燥器中冷却)于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸(12.17)及 1 mL 过氧化氢(12.16)加热溶解完全,冷却,移入 500 mL 容量瓶中,加入 80 mL 盐酸(12.17),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 6 mg 总的稀土氧化物。

表 6

稀土氧化物混合标准贮存溶液标号	稀土氧化物量/mg							
	Y_2O_3	La_2O_3	CeO_2	Pr_6O_{11}	Nd_2O_3	Sm_2O_3	Eu_2O_3	Gd_2O_3
1 [#] 高钇型	2 100	30	0	0	60	60	60	300
2 [#] 高钇型	1 500	90	60	75	150	150	30	180
3 [#] 高钇型	900	150	120	150	240	240	0	60
4 [#] 中钇及轻稀土型	1 050	450	0	0	1 050	210	90	60
5 [#] 中钇及轻稀土型	600	825	60	150	750	135	45	120
6 [#] 中钇及轻稀土型	150	1 200	120	300	450	60	0	180

表 6 (续)

稀土氧化物混合标准贮存溶液标号	稀土氧化物量/mg							
	Tb ₄ O ₇	Dy ₂ O ₃	Ho ₂ O ₃	Er ₂ O ₃	Tm ₂ O ₃	Yb ₂ O ₃	Lu ₂ O ₃	—
1 [#] 高钇型	0	120	150	60	0	60	0	—
2 [#] 高钇型	75	210	90	150	45	150	45	—
3 [#] 高钇型	150	300	30	240	90	240	90	—
4 [#] 中钆及轻稀土型	0	30	0	0	60	0	0	—
5 [#] 中钆及轻稀土型	30	105	30	45	30	45	30	—
6 [#] 中钆及轻稀土型	60	180	60	90	0	90	60	—

13 仪器与设备

13.1 电感耦合等离子发射光谱仪:分辨率<0.006 nm(200 nm 处)。

13.2 光源:氩等离子体光源。

14 试样

将试样研磨后,在干燥箱内于 105℃ 烘 1 h,置于干燥器内冷却至室温后称量。

15 分析步骤

15.1 试料

称取 0.300 0 g 试样(14)。

15.2 测定数量

独立进行两次测定,取其平均值。

15.3 分析试液的制备

15.3.1 将试料(15.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(12.17)及 0.5 mL 过氧化氢(12.16)(当 Ce 含量较高时,可多加过氧化氢或用硝酸处理),加热溶解至冒大气泡清亮,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

15.3.2 移取 10.00 mL 上述试液(15.3.1)于 100 mL 容量瓶中,补加 8 mL 盐酸(12.17),用水稀释至刻度,混匀待测。

15.4 标准溶液的配制

按表 7 分别移取对应体体积量的稀土氧化物混合标准贮存溶液(12.19)于 200 mL 容量瓶中,加 18 mL 盐酸(12.17),用水稀释至刻度,混匀。此标准溶液 1mL 含 0.3 mg 稀土氧化物,各稀土氧化物分量见表 8。

表 7

标准溶液标号	移取稀土氧化物混合标准贮存溶液/mL					
	1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]	5 [#]	6 [#]
7 [#] 高钇型	10.00	—	—	—	—	—
8 [#] 高钇型	5.00	5.00	—	—	—	—
9 [#] 高钇型	—	10.00	—	—	—	—
10 [#] 高钇型	—	5.00	5.00	—	—	—
11 [#] 高钇型	—	—	10.00	—	—	—

表 7 (续)

标准溶液标号	移取稀土氧化物混合标准贮存溶液/mL					
	1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]	5 [#]	6 [#]
12 [#] 中钕及轻稀土型	—	—	—	10.00	—	—
13 [#] 中钕及轻稀土型	—	—	—	5.00	5.00	—
14 [#] 中钕及轻稀土型	—	—	—	—	10.00	—
15 [#] 中钕及轻稀土型	—	—	—	—	5.00	5.00
16 [#] 中钕及轻稀土型	—	—	—	—	—	10.00

表 8

标准溶液标号	稀土氧化物配分量/%							
	Y ₂ O ₃	La ₂ O ₃	CeO ₂	Pr ₆ O ₁₁	Nd ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Eu ₂ O ₃	Gd ₂ O ₃
7 [#]	70	1	0	0	2	2	2	10
8 [#]	60	2	1	1.25	3.5	3.5	1.5	8
9 [#]	50	3	2	2.5	5	5	1	6
10 [#]	40	4	3	3.75	6.5	6.5	0.5	4
11 [#]	30	5	4	5	8	8	0	2
12 [#]	35	15	0	0	35	7	3	2
13 [#]	27.5	21.25	1	2.5	30	5.75	2.25	3
14 [#]	20	27.5	2	5	25	4.5	1.5	4
15 [#]	12.5	33.75	3	7.5	20	3.25	0.75	5
16 [#]	5	40	4	10	15	2	0	6

标准溶液标号	稀土氧化物配分量/%							
	Tb ₄ O ₇	Dy ₂ O ₃	Ho ₂ O ₃	Er ₂ O ₃	Tm ₂ O ₃	Yb ₂ O ₃	Lu ₂ O ₃	—
7 [#]	0	4	5	2	0	2	0	—
8 [#]	1.25	5.5	4	3.5	0.75	3.5	0.75	—
9 [#]	2.5	7	3	5	1.5	5	1.5	—
10 [#]	3.75	8.5	2	6.5	2.25	6.5	2.25	—
11 [#]	5	10	1	8	3	8	3	—
12 [#]	0	1	0	0	2	0	0	—
13 [#]	0.5	2.25	0.5	0.75	1.5	0.75	0.5	—
14 [#]	1	3.5	1	1.5	1	1.5	1	—
15 [#]	1.5	4.75	1.5	2.25	0.5	2.25	1.5	—
16 [#]	2	6	2	3	0	3	2	—

15.5 测定

15.5.1 分析线见表 9。

15.5.2 在仪器最佳工作条件下,根据待测试样的稀土类型,将对应类型的标准溶液(15.4)与分析试液(15.3.2)依次进行氩等离子体光谱测定。

表 9

元 素	分析线波长/nm	元 素	分析线波长/nm
Y	242.219,320.332	Tb	332.440
La	408.672,379.477	Dy	353.170
Ce	413.765,413.380	Ho	341.646
Pr	405.654,422.293	Er	326.478
Nd	401.225	Tm	313.126
Sm	443.432,428.078	Yb	289.138
Eu	412.970	Lu	261.542
Gd	310.050	—	—

16 分析结果的计算与表述

16.1 按式(4)计算各待测元素归一化前的氧化物质量分数 w'_i ,数值以%表示:

$$w'_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times V_1}{m_0 \times 10^3} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- ρ_i ——计算机给出的试样溶液中某稀土氧化物的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- ρ_0 ——计算机给出的空白溶液中某稀土氧化物的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V_1 ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试样量,单位为克(g)。

16.2 按式(5)计算归一化后某稀土元素的氧化物配分量 w_i ,数值以%表示:

$$w_i = \frac{w'_i}{\sum w_i} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- w'_i ——某稀土元素归一化前的氧化物质量分数;
- $\sum w_i$ ——稀土元素归一化前的氧化物质量分数之和。

17 精密度

17.1 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 10 数据采用线性内插法求得:

表 10

稀土氧化物	稀土氧化物质量分数/%	重复性限(r)/%
Y ₂ O ₃ 、CeO ₂ 、Pr ₆ O ₁₁ 、Sm ₂ O ₃ 、Eu ₂ O ₃ 、 Gd ₂ O ₃ 、Tb ₄ O ₇ 、Dy ₂ O ₃ 、Ho ₂ O ₃ 、Er ₂ O ₃ 、 Tm ₂ O ₃ 、Yb ₂ O ₃ 、Lu ₂ O ₃ 、La ₂ O ₃ 、Nd ₂ O ₃	1.56	0.08
	7.73	0.19
	22.76	0.27
	61.85	0.39
注:重复性限(r)为 $2.8 \times S_r$, S_r 为重复性标准差。		

17.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 11 所列的允许差。

表 11

稀土氧化物	质量分数/%	允许差/%
Y ₂ O ₃ 、CeO ₂ 、Pr ₆ O ₁₁ 、Sm ₂ O ₃ 、Eu ₂ O ₃ 、 Gd ₂ O ₃ 、Tb ₄ O ₇ 、Dy ₂ O ₃ 、Ho ₂ O ₃ 、Er ₂ O ₃ 、 Tm ₂ O ₃ 、Yb ₂ O ₃ 、Lu ₂ O ₃	0.20~0.50	0.04
	>0.50~1.00	0.06
	>1.00~3.00	0.15
	>3.00~10.00	0.30
	>10.00~20.00	0.40
	>20.00~40.00	0.60
	>40.00~60.00	0.70
	>60.00~80.00	0.80
La ₂ O ₃ 、Nd ₂ O ₃	0.50~1.00	0.20
	>1.00~5.00	0.40
	>5.00~10.00	0.50
	>10.00~20.00	0.60
	>20.00~30.00	0.70
	>30.00~80.00	0.80

18 质量保证和控制

分析时,用标准样品或控制样品进行校核,或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
离子型稀土矿混合稀土氧化物
化学分析方法
十五个稀土元素氧化物配分量的测定
GB/T 18882.1—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

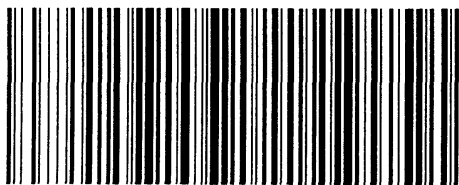
*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字
2008年9月第一版 2008年9月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-32901 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话: (010)68533533



GB/T 18882.1—2008