ICS 77.120.99
CCS H 14

中华人民共和国国家标准

GB/T 18882.1—2023
代替 GB/T 18882.1—2008

离子型稀土矿混合稀土氧化物 化学分析方法 第1部分：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-absorption rare earth ore—Part 1: Determination of fifteen rare earth oxides composition

2023-09-07 发布　　2024-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　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。

本文件是GB/T 18882《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法》的第1部分。GB/T 18882已经发布了以下部分：

——第1部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定；

——第2部分：三氧化二铝量的测定；

——第3部分：二氧化硅含量的测定。

本文件代替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配分量的测定》，与GB/T 18882.1—2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 更改了方法适用范围，由“离子型稀土矿混合稀土氧化物”修改为“离子型稀土矿混合稀土氧化物、碳酸盐、草酸盐、氯化稀土料液”（见第1章，2008年版的第1章）；

b) 更改了方法1测定范围，测定范围由“0.20%～99.00%”修改为表1规定的范围（见表1，2008年版的第1章）；

c) 更改了方法2测定范围，测定范围由“0.20%～80.00%”修改为表2规定的范围（见表2，2008年版的第10章）；

d) 增加了方法1中碳酸盐、草酸盐、氯化稀土试料样片制备（见4.5.3.2、4.5.3.3、4.5.3.4）；

e) 更改了方法1系列标准样片的制备方法（见4.5.4，2008年版的6.4）；

f) 增加了内标元素钪（见表8）；

g) 更改了方法1和方法2的结果表达形式（见4.6、5.6，2008年版的第7章、第16章）；

h) 更改了方法1和方法2的精密度（见4.7、5.7，2008年版的第8章、第17章）；

i) 更改了方法2称取或移取试样的量（见5.5.1，2008年版的15.1）；

j) 增加了方法2中碳酸盐、草酸盐、氯化稀土料液试料样片制备（见5.5.3.2～5.5.3.4）；

k) 更改了方法2系列标准溶液的制备方法（见5.5.4，2008年版的15.4）；

l) 删除了质量保证和控制条款（见2008年版的第18章）。

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：赣州有色冶金研究所有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、江西省钨与稀土产品质量监督检测中心、包头稀土研究院、厦门稀土材料研究所、湖南稀土金属材料研究院有限责任公司、江西理工大学、包头天和磁材科技股份有限公司、江阴加华新材料资源有限公司、赣州湛海新材料科技有限公司、包头华美稀土高科有限公司、中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司。

本文件主要起草人：刘鸿、黎英、罗燕生、谢璐、温斌、徐娜、刘丹娜、龚立杰、张文星、谢玲君、江媛、曾庆平、王丽娟、汤云腾、陈燕、邹世辉、石雪峰、孙娜、刘和连、吴伟明、李小军、李娜、罗威、薛建萍、董三力、吴英昕、刘志宏。

本文件于2002年首次发布为GB/T 18882.2—2002和GB/T 18882.3—2002，2008年第一次修订为GB/T 18882.1—2008，本次为第二次修订。

引　言

离子型稀土矿是我国特有的优势矿产，离子型稀土资源富含中、重稀土元素，是技术产业发展中不可或缺的战略资源，是发光材料、高性能磁性材料、激光材料、磁致冷材料、光导纤维、陶瓷材料、磁致伸缩材料的重要成分。我国开发离子型稀土资源已有五十余年的历史，离子型稀土的生产和应用发展迅速，从矿山提取、冶炼到应用形成了较完整的工业生产体系。GB/T 18882 旨在通过实验研究建立一套完整、切实可行且适应于离子型稀土矿混合稀土氧化物产品生产和贸易需求的化学成分分析的方法标准。限于文件篇幅、使用需求、适用范围以及各分析方法之间的技术独立性等方面原因，GB/T 18882 由 3 个部分组成。

——第 1 部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定。目的在于建立 X 射线荧光光谱法和电感耦合等离子体发射光谱法测定离子型稀土矿中十五个稀土元素氧化物配分量的方法。

——第 2 部分：三氧化二铝量的测定。目的在于建立电感耦合等离子体发射光谱法和滴定法测定离子型稀土矿中三氧化二铝量的方法。

——第 3 部分：二氧化硅含量的测定。目的在于建立分光光度法和重量法测定离子型稀土矿中二氧化硅量的方法。

本文件扩大了方法适用范围，并适用于离子型稀土矿碳酸稀土产品标准 GB/T 28882 中测定十五个稀土元素氧化物配分量；修改方法的检测范围，调整方法标准系列配置方式，更符合稀土行业对产品检测的需求。本文件进一步提高了标准的适用性，在提升离子型稀土矿混合稀土氧化物产品质量、促进其生产、贸易及扩大应用需求方面具有重要的意义。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

离子型稀土矿混合稀土氧化物 化学分析方法 第1部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定

警告——使用本文件的人员应具备正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者应具有一定的专业知识和技能并充分认识到不当的操作可能引起的气体泄漏、电流泄漏、火灾或其他严重后果。

1 范围

本文件描述了离子型稀土矿混合稀土氧化物、碳酸盐、草酸盐、氯化稀土料液中十五个稀土元素氧化物配分量的测定方法。

本文件适用于离子型稀土矿混合稀土氧化物、碳酸盐、草酸盐、氯化稀土料液中十五个稀土元素氧化物配分量的测定。共包含两个方法，方法1：X射线荧光光谱法，测定范围见表1。方法2：电感耦合等离子体发射光谱法，测定范围见表2。

当两个方法的测定范围出现重叠时，推荐方法1为仲裁方法。

表1 方法1各稀土元素氧化物配分量测定范围

各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量 $c(RE_xO_y/REO)$	配分量 %	各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量 $c(RE_xO_y/REO)$	配分量 %
$c(La_2O_3/REO)$	2.50～45.00	$c(Dy_2O_3/REO)$	1.00～12.00
$c(CeO_2/REO)$	0.20～20.00	$c(Ho_2O_3/REO)$	0.15～3.00
$c(Pr_6O_{11}/REO)$	0.50～10.00	$c(Er_2O_3/REO)$	0.25～3.00
$c(Nd_2O_3/REO)$	2.50～40.00	$c(Tm_2O_3/REO)$	0.10～2.00
$c(Sm_2O_3/REO)$	0.50～10.00	$c(Yb_2O_3/REO)$	0.25～3.00
$c(Eu_2O_3/REO)$	0.10～2.00	$c(Lu_2O_3/REO)$	0.10～2.00
$c(Gd_2O_3/REO)$	0.50～10.00	$c(Y_2O_3/REO)$	4.00～68.00
$c(Tb_4O_7/REO)$	0.10～2.00	—	—

表2 方法2各稀土元素氧化物配分量测定范围

各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量 $c(RE_xO_y/REO)$	配分量 %	各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量 $c(RE_xO_y/REO)$	配分量 %
$c(La_2O_3/REO)$	2.50～45.00	$c(Dy_2O_3/REO)$	1.00～12.00
$c(CeO_2/REO)$	0.20～20.00	$c(Ho_2O_3/REO)$	0.10～3.00
$c(Pr_6O_{11}/REO)$	0.50～10.00	$c(Er_2O_3/REO)$	0.10～3.00
$c(Nd_2O_3/REO)$	2.50～40.00	$c(Tm_2O_3/REO)$	0.05～2.00
$c(Sm_2O_3/REO)$	0.50～10.00	$c(Yb_2O_3/REO)$	0.10～3.00
$c(Eu_2O_3/REO)$	0.05～2.00	$c(Lu_2O_3/REO)$	0.05～2.00
$c(Gd_2O_3/REO)$	0.50～10.00	$c(Y_2O_3/REO)$	4.00～68.00
$c(Tb_4O_7/REO)$	0.10～2.00	—	—

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

2 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 6682 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 15676 稀土术语

3 术语和定义

GB/T 15676 界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法 1：X 射线荧光光谱法

4.1 方法原理

试料经硝酸、盐酸和过氧化氢分解，蒸至近干，加入钪或钒内标溶液，滴在滤纸片上制成薄样，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，计算出待测元素的相对含量。

4.2 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

4.2.1 水，GB/T 6682，二级。

4.2.2 氧化钇 $w(\mathrm{REO})\geqslant 99.50\%$，$w(\mathrm{Y_2O_3/REO})>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

4.2.3 氧化镧 $w(\mathrm{REO})\geqslant 99.50\%$，$w(\mathrm{La_2O_3/REO})>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

4.2.4 氧化铈 $w(\mathrm{REO})\geqslant 99.50\%$，$w(\mathrm{CeO_2/REO})>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

4.2.5 氧化镨 $w(\mathrm{REO})\geqslant 99.50\%$，$w(\mathrm{Pr_6O_{11}/REO})>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

4.2.6 氧化钕 $w(\mathrm{REO})\geqslant 99.50\%$，$w(\mathrm{Nd_2O_3/REO})>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

4.2.7 氧化钐 $w(\mathrm{REO})\geqslant 99.50\%$，$w(\mathrm{Sm_2O_3/REO})>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

4.2.8 氧化铕 $w(\mathrm{REO})\geqslant 99.50\%$，$w(\mathrm{Eu_2O_3/REO})>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

4.2.9 氧化钆 $w(\mathrm{REO})\geqslant 99.50\%$，$w(\mathrm{Gd_2O_3/REO})>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

4.2.10 氧化铽 $w(\mathrm{REO})\geqslant 99.50\%$，$w(\mathrm{Tb_4O_7/REO})>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

4.2.11 氧化镝 $w(\mathrm{REO})\geqslant 99.50\%$，$w(\mathrm{Dy_2O_3/REO})>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

4.2.12 氧化钬 $w(\mathrm{REO})\geqslant 99.50\%$，$w(\mathrm{Ho_2O_3/REO})>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

4.2.13 氧化铒 $w(\mathrm{REO})\geqslant 99.50\%$，$w(\mathrm{Er_2O_3/REO})>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

4.2.14 氧化铥 $w(\mathrm{REO})\geqslant 99.50\%$，$w(\mathrm{Tm_2O_3/REO})>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

4.2.15 氧化镱 $w(\mathrm{REO})\geqslant 99.50\%$，$w(\mathrm{Yb_2O_3/REO})>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

4.2.16 氧化镥 $w(\mathrm{REO})\geqslant 99.50\%$，$w(\mathrm{Lu_2O_3/REO})>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

4.2.17 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

4.2.18 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

4.2.19 过氧化氢[$w(\mathrm{H_2O_2})\geqslant 30\%$]。

4.2.20 盐酸溶液(1+1)。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

4.2.21 盐酸溶液(1+19)。

4.2.22 标准贮存溶液 A:称取 0.100 0 g 氧化铈(4.2.4)于 100 mL 烧杯中,用少量水(4.2.1)湿润,加入 5 mL 硝酸(4.2.18),滴加 5 滴~10 滴过氧化氢(4.2.19),加热溶解清亮(不清亮可重复操作),加入 5 mL 盐酸溶液(4.2.20)蒸至近干,重复一次,将硝酸盐转化成氯化物,冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(4.2.21)稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.2 mg 氧化铈。

4.2.23 标准贮存溶液 B:称取 0.100 0 g 氧化镨(4.2.5)于 100 mL 烧杯中,用少量水(4.2.1)湿润,加入 10 mL 盐酸溶液(4.2.20),加热溶解清亮,冷却后移入 200 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(4.2.21)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 氧化镨。

4.2.24 标准贮存溶液 C~O:按表 3 称取各单一稀土氧化物于 200 mL 烧杯中,用水(4.2.1)湿润,加入 10 mL 硝酸(4.2.18)和 5 滴~10 滴过氧化氢(4.2.19),加热分解清亮(不清亮可重复操作),再加入 5 mL 盐酸溶液(4.2.20)蒸至近干,重复一次,将硝酸盐转化成氯化物,冷却后移入 250 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(4.2.21)稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含各单一稀土氧化物量见表 4。

表 3 标准贮存溶液各单一稀土氧化物称样量

单位为克

标液编号	氧化镧 (4.2.3)	氧化铈 (4.2.4)	氧化镨 (4.2.5)	氧化钕 (4.2.6)	氧化钐 (4.2.7)	氧化铕 (4.2.8)	氧化钆 (4.2.9)	氧化铽 (4.2.10)
C	0	0	0	0	0	0	0	0.050 0
D	0.062 5	0	0	0.142 5	0	0	0	0
E	0.122 5	0	0.250 0	0.062 5	0	0	0	0
F	0.250 0	0	0.150 0	0.220 0	0	0	0	0
G	0.347 5	0	0.100 0	0.347 5	0	0	0	0
H	0.650 0	0.080 0	0.200 0	0.100 0	0	0	0	0
I	0.440 0	0.160 0	0.175 0	0.450 0	0	0	0	0
J	0.550 0	0.250 0	0.225 0	0.395 0	0	0	0	0
K	0.615 0	0.300 0	0.125 0	0.575 0	0	0	0	0
L	0.502 5	0.375 0	0.075 0	0.857 5	0	0	0	0
M	0.800 0	0	0.050 0	1.027 5	0	0	0	0
N	1.175 0	0.500 0	0	0.250 0	0.250 0	0.050 0	0.250 0	0
O	0	0	0	0	0.250 0	0.050 0	0.250 0	0
标液编号	氧化镝 (4.2.11)	氧化钇 (4.2.2)	氧化钬 (4.2.12)	氧化铒 (4.2.13)	氧化铥 (4.2.14)	氧化镱 (4.2.15)	氧化镥 (4.2.16)	—
C	0.300 0	1.725 0	0.075 0	0.125 0	0.050 0	0.125 0	0.050 0	—

表 4 标准贮存溶液各单一稀土氧化物浓度

单位为毫克每毫升

标液编号	氧化镧	氧化铈	氧化镨	氧化钕	氧化钐	氧化铕	氧化钆	氧化铽
C	0	0	0	0	0	0	0	0.20
D	0.25	0	0	0.57	0	0	0	0

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

表 4　标准贮存溶液各单一稀土氧化物浓度（续）

单位为毫克每毫升

标液编号	氧化镧	氧化铈	氧化镨	氧化钕	氧化钐	氧化铕	氧化钆	氧化铽
E	0.49	0	1.00	0.25	0	0	0	0
F	1.00	0	0.60	0.88	0	0	0	0
G	1.39	0	0.40	1.39	0	0	0	0
H	2.60	0.32	0.80	0.40	0	0	0	0
I	1.76	0.64	0.70	1.80	0	0	0	0
J	4.20	1.00	0.90	1.58	0	0	0	0
k	2.46	1.20	0.50	2.30	0	0	0	0
L	2.01	1.50	0.30	3.43	0	0	0	0
M	3.20	0	0.20	4.11	0	0	0	0
N	4.70	2.00	0	1.00	0	0	0	0
O	0	0	0	0	1.00	0.20	1.00	0

标液编号	氧化镝	氧化钇	氧化钬	氧化铒	氧化铥	氧化镱	氧化镥	—
C	1.20	6.90	0.30	0.50	0.20	0.50	0.20	—
D	0	0	0	0	0	0	0	—
E	0	0	0	0	0	0	0	—
E	0	0	0	0	0	0	0	—
G	0	0	0	0	0	0	0	—
H	0	0	0	0	0	0	0	—
I	0	0	0	0	0	0	0	—
J	0	0	0	0	0	0	0	—
K	0	0	0	0	0	0	0	—
L	0	0	0	0	0	0	0	—
M	0	0	0	0	0	0	0	—
N	0	0	0	0	0	0	0	—
O	0	0	0	0	0	0	0	—

4.2.25　钪内标溶液：称取 12.000 0 g 已于 105 ℃烘 1 h 的三氧化二钪[w(REO)＜0.01%]，于 400 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸溶液(4.2.20)，加入 1 mL 过氧化氢(4.2.19)于低温分解清亮，冷却后移入 2 000 mL 容量瓶中，加入一定量的水(4.2.1)后加入 50 mL 盐酸(4.2.17)，冷却，用水(4.2.1)稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含 6.00 mg 三氧化二钪。

4.2.26　钒内标溶液：称取 15.435 6 g 已于 105 ℃烘 1 h 的偏钒酸铵[w(REO)＜0.01%]，于 400 mL 烧杯中，加入 200 mL 水(4.2.1)，加热溶解完全，冷却后移入 2 000 mL 容量瓶中，加入 1 500 mL 水(4.2.1)，60 mL 盐酸(4.2.17)，用水(4.2.1)稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含 6.00 mg 五氧化二钒。

4.2.27　滤纸：ϕ＝50 mm，快速定性。

4.2.28　P10 氩-甲烷气体：10%甲烷＋90%氩气。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

4.3 仪器

波长色散型X射线荧光光谱仪。

4.4 样品

4.4.1 离子型稀土矿混合稀土氧化物样品应在105 ℃～110 ℃烘干2 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

4.4.2 离子型稀土矿混合草酸盐样品经950 ℃灼烧1 h后,研磨均匀,立即称量。

4.4.3 离子型稀土矿混合稀土碳酸盐直接称取。

4.4.4 离子型稀土矿混合氯化稀土料液直接移取。

4.5 试验步骤

4.5.1 试料或试液

按照表5称取或移取样品(4.4),精确至0.001 g或0.1 mL。

表5 试样称取量/移取量

样品	称取量 g	移取量 mL
离子型稀土矿混合稀土氧化物	0.1	—
离子型稀土矿混合稀土草酸盐	10	—
离子型稀土矿混合稀土碳酸盐	10	—
离子型稀土矿混合氯化稀土料液	—	5

4.5.2 平行测定

平行做两份试验,取其平均值。

4.5.3 试料样片制备

4.5.3.1 离子型稀土矿混合稀土氧化物:将试料(4.5.1)置于100 mL烧杯中,加入5 mL盐酸(4.2.20)[含铈高的样品加入5 mL硝酸(4.2.18)],加入0.5 mL过氧化氢(4.2.19)加热分解清亮,蒸至近干。冷却至室温后加入5.00 mL钪内标溶液(4.2.25)或钇内标溶液(4.2.26),溶解清亮,混匀。

4.5.3.2 离子型稀土矿混合稀土草酸盐:将试料(4.5.1)经950 ℃灼烧1 h后在干燥器中冷却至室温。后续步骤按4.5.3.1进行。

4.5.3.3 离子型稀土矿混合稀土碳酸盐:将试料(4.5.1)置于100 mL烧杯中,加入20 mL水(4.2.1),20 mL盐酸(4.2.20)及1 mL过氧化氢(4.2.19)加热分解清亮,冷却后移入200 mL容量瓶中,用水(4.2.1)稀释至刻度,混匀。移取相当于氧化稀土质量0.10 g的试液于100 mL烧杯中,后续步骤按4.5.3.1进行。

4.5.3.4 离子型稀土矿混合氯化稀土料液:将试液(4.5.1)移入50 mL容量瓶中,用水(4.2.1)稀释至刻度,混匀。移取相当于氧化稀土质量0.10 g的料液(4.4.4)于100 mL烧杯中,后续步骤按4.5.3.1进行。

4.5.3.5 移取0.30 mL溶液(见4.5.3.1～4.5.3.4),均匀滴在平铺于玻璃板上的滤纸(4.2.27)上,放置20 min,在红外线灯下烘干,待测定。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

4.5.4 系列标准样片制备

按表 6 分别移取标准贮存溶液置于 12 个 100 mL 烧杯中，蒸至近干，冷却至室温后加入 5.0 mL 钪内标溶液(4.2.25)或钒内标溶液(4.2.26)，溶解清亮，混匀。按照 4.5.3.5 步骤制备标准样片，系列标准片配分值见表 7。

表 6 移取各稀土氧化物标准贮存溶液体积

单位为毫升

系列标准片序号	标准贮存溶液编号	移取体积	系列标准片序号	标准贮存溶液编号	移取体积	系列标准片序号	标准贮存溶液编号	移取体积	系列标准片序号	标准贮存溶液编号	移取体积
1	C	10.00	13	—	—	26	—	—	39	—	—
2	C	9.00	14	O	0.50	27	D	10.00	40	A	1.00
	B	1.00	15	—	—	28	—	—	41	—	—
3	C	8.00	16	O	1.00	29	E	10.00	42	A	2.00
4	C	7.00	17	O	2.00	30	F	10.00	43	A	4.00
5	C	6.00	18	O	3.00	31	G	10.00	44	A	8.00
6	C	5.00	19	O	4.00	32	H	10.00	45	—	—
7	C	4.00	20	O	5.00	33	I	10.00	46	—	—
8	C	3.00	21	O	6.00	34	J	10.00	47	—	—
9	C	2.00	22	O	7.00	35	K	10.00	48	—	—
10	C	1.00	23	O	8.00	36	L	10.00	49	—	—
11	C	0.50	24	O	9.00	37	M	10.00	50	A	0.50
12	—	—	25	O	10.00	38	N	10.00	51	B	2.00

表 7 系列标准片各稀土氧化物配分量

%

序号	氧化镧	氧化铈	氧化镨	氧化钕	氧化钐	氧化钷	氧化钆	氧化铽
1	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	2.00
2	2.50	0.20	0.50	5.70	0.50	0.10	0.50	1.80
3	4.90	0.40	10.00	2.50	1.00	0.20	1.00	1.60
4	10.00	0.80	6.00	8.80	2.00	0.40	2.00	1.40
5	13.90	1.60	4.00	13.90	3.00	0.60	3.00	1.20
6	26.00	3.20	8.00	4.00	4.00	0.80	4.00	1.00
7	17.60	6.40	7.00	18.00	5.00	1.00	5.00	0.80
8	22.00	10.00	9.00	15.80	6.00	1.20	6.00	0.60
9	24.60	12.00	5.00	23.00	7.00	1.40	7.00	0.40
10	20.10	15.00	3.00	34.30	8.00	1.60	8.00	0.20
11	32.00	0.10	2.00	41.10	9.00	1.80	9.00	0.10
12	47.00	20.00	1.00	10.00	10.00	2.00	10.00	0.00

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

表 7　系列标准片各稀土氧化物配分量（续）

%

序号	氧化镝	氧化钇	氧化钬	氧化铒	氧化铥	氧化镱	氧化镥	—
1	12.00	69.00	3.00	5.00	2.00	5.00	2.00	—
2	10.80	62.10	2.70	4.50	1.80	4.50	1.80	—
3	9.60	54.20	2.40	4.00	1.60	4.00	1.60	—
4	8.40	48.30	2.10	3.50	1.40	3.50	1.40	—
5	7.20	41.40	1.80	3.00	1.20	3.00	1.20	—
6	6.00	34.50	1.50	2.50	1.00	2.50	1.00	—
7	4.80	27.60	1.20	2.00	0.80	2.00	0.80	—
8	3.60	20.70	0.90	1.50	0.60	1.50	0.60	—
9	2.40	13.80	0.60	1.00	0.40	1.00	0.40	—
10	1.20	6.90	0.30	0.50	0.20	0.50	0.20	—
11	0.60	3.45	0.15	0.25	0.10	0.25	0.10	—
12	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	—

4.5.5　测定

4.5.5.1　X 光管功率≥3 kW，分光晶体 LiF200，仪器测定参数见表 8。

表 8　仪器测定参数

测定参数	被测元素							
	镧	铈	镨	钕	钐	铕	钆	铽
分析线	$L_{\alpha 1}$	$L_{\alpha 1}$	$L_{\beta 1}$	$L_{\alpha 1}$	$L_{\beta 1}$	$L_{\alpha 1}$	$L_{\alpha 1}$	$L_{\alpha 1}$
2θ/(°)	82.91	79.05	68.25	72.16	59.53	63.58	61.13	58.85
测定参数	被测元素							
	镝	钬	铒	铥	镱	镥	钇	钪/钒
分析线	$L_{\alpha 1}$	$L_{\beta 1}$	$L_{\beta 1}$	$L_{\alpha 1}$	$L_{\alpha 1}$	$L_{\beta 1}$	$K_{\alpha 1}$	$K_{\alpha 1}/K_{\beta 1}$
2θ/(°)	56.52	48.32	46.44	50.80	49.06	41.40	23.76	97.73/69.15

4.5.5.2　将标准系列各稀土元素的质量分数输入计算机，按照仪器测定参数（见 4.5.5.1）测定系列标准样片（见 4.5.4），由计算机计算得到标准曲线系数、谱线干扰和基体效应系数。再测定试料样片（见 4.5.3），由计算机计算校正输出各稀土元素的质量分数。

4.6　试验数据处理

十五个稀土元素氧化物配分量以百分数 $c_1(RE_xO_y/REO)$ 计，按公式（1）计算：

$$c_1(RE_xO_y/REO)=\frac{w_{RE_xO_y}}{\sum w_{RE_xO_y}}\times 100\% \qquad \cdots\cdots(1)$$

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

式中：

$w_{RE_xO_y}$ ——各待测稀土元素的氧化物（Y_2O_3、La_2O_3、…、Lu_2O_3）的质量分数；

$\sum w_{RE_xO_y}$ ——稀土元素的氧化物质量分数之和。

当结果小于1.00%时保留两位有效数字，当结果大于等于1.00%时保留小数点后两位，数值修约按GB/T 8170的规定执行。

4.7 精密度

4.7.1 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，在表9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9数据采用线性内插法或外延法求得。

表9 重复性限（r）（方法1）

各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	重复性限（r） %	各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	重复性限（r） %
$c(Y_2O_3/REO)$	42.97	0.51	$c(Pr_6O_{11}/REO)$	3.22	0.10
	33.11	0.36		4.64	0.10
	37.74	0.44		3.86	0.17
	63.30	0.50		0.50	0.05
	13.88	0.28		8.45	0.18
	6.26	0.15		8.67	0.17
	56.26	0.43		1.60	0.08
	23.36	0.34		4.80	0.13
$c(La_2O_3/REO)$	9.79	0.24	$c(Nd_2O_3/REO)$	12.77	0.35
	16.76	0.25		17.28	0.28
	13.25	0.29		14.76	0.22
	1.35	0.09		1.90	0.13
	24.25	0.33		41.16	0.62
	38.12	0.35		25.41	0.20
	4.90	0.12		＜0.1	—
	20.67	0.38		6.40	0.20
$c(CeO_2/REO)$	2.99	0.11		20.43	0.20
	3.03	0.13	$c(Sm_2O_3/REO)$	4.61	0.21
	2.84	0.11		5.09	0.15
	0.37	0.05		4.73	0.26
	1.34	0.06		1.86	0.11
	16.96	0.23		2.18	0.10
	1.47	0.05		0.96	0.08
	7.53	0.16		2.32	0.9

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

表 9　重复性限(r)(方法 1)(续)

各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	重复性限(r) %	各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	重复性限(r) %
$c(Sm_2O_3/REO)$	6.05	0.11	$c(Ho_2O_3/REO)$	1.33	0.12
$c(Eu_2O_3/REO)$	0.15	0.03		1.11	0.11
	0.21	0.04		1.20	0.11
	1.25	0.07		3.05	0.17
	0.15	0.02		0.43	0.05
	0.57	0.05		0.20	0.02
	＜0.1	—		2.12	0.09
	＜0.1	—		0.86	0.06
	0.77	0.04	$c(Er_2O_3/REO)$	3.80	0.13
$c(Gd_2O_3/REO)$	5.81	0.19		2.92	0.13
	5.89	0.14		3.40	0.17
	5.72	0.18		3.61	0.12
	0.90	0.03		1.23	0.10
	2.51	0.16		0.53	0.4
	1.11	0.09		4.37	0.09
	2.95	0.08		1.94	0.07
	6.38	0.09	$c(Tm_2O_3/REO)$	0.06	0.07
$c(Tb_4O_7/REO)$	1.05	0.04		0.39	0.04
	1.00	0.06		0.48	0.05
	0.98	0.06		1.81	0.07
	1.24	0.06		0.14	0.02
	0.42	0.04		＜0.1	—
	0.19	0.03		1.27	0.08
	1.49	0.05		0.40	0.02
	0.69	0.04	$c(Yb_2O_3/REO)$	3.73	0.11
$c(Dy_2O_3/REO)$	6.47	0.22		2.34	0.13
	5.87	0.16		3.06	0.11
	6.14	0.18		9.08	0.14
	9.89	0.28		0.95	0.05
	2.40	0.11		0.40	0.04
	1.05	0.09		4.34	0.14
	9.15	0.15		1.67	0.06
	4.11	0.07	$c(Lu_2O_3/REO)$	0.55	0.09

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

表 9　重复性限(r)(方法 1)(续)

各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	重复性限(r) %	各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	重复性限(r) %
$c(Lu_2O_3/REO)$	0.34	0.05	—	—	—
	0.44	0.07		—	—
	1.02	0.09		—	—
	0.14	0.04		—	—
	<0.1	—		—	—
	1.29	0.09		—	—
	0.33	0.05		—	—

4.7.2　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，在表 10 给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不大于再现性限(R)，超过再现性限(R)的情况不超过 5%，再现性限(R)按表 10 的数据采用线性内插法或外延法求得。

表 10　再现性限(R)(方法 1)

各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	再现性限(R) %	各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	再现性限(R) %
$c(Y_2O_3/REO)$	42.97	0.72	$c(CeO_2/REO)$	2.99	0.19
	33.11	0.37		3.03	0.21
	37.74	0.68		2.84	0.22
	63.30	0.56		0.37	0.08
	13.88	0.35		1.34	0.10
	6.26	0.31		16.96	0.33
	56.26	0.46		1.47	0.06
	23.36	0.56		7.53	0.31
$c(La_2O_3/REO)$	9.79	0.30	$c(Pr_6O_{11}/REO)$	3.22	0.13
	16.76	0.42		4.64	0.16
	13.25	0.36		3.86	0.20
	1.35	0.17		0.50	0.07
	24.25	0.38		8.45	0.22
	38.12	0.54		8.67	0.23
	4.90	0.19		1.60	0.10
	20.67	0.49		4.80	0.18

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

表 10　再现性限(R)(方法 1)(续)

各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	再现性限(R) %	各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	再现性限(R) %
$c(Nd_2O_3/REO)$	41.16	0.80	$c(Tb_4O_7/REO)$	1.05	0.06
	25.41	0.40		1.00	0.11
	6.40	0.19		0.98	0.09
	20.43	0.37		1.24	0.10
	12.77	0.40		0.42	0.07
	17.28	0.41		0.19	0.05
	14.76	0.31		1.49	0.10
	1.90	0.16		0.69	0.05
$c(Sm_2O_3/REO)$	4.61	0.29	$c(Dy_2O_3/REO)$	6.47	0.30
	5.09	0.22		5.87	0.31
	4.73	0.27		6.14	0.19
	1.86	0.17		9.89	0.57
	2.18	0.14		2.40	0.21
	0.96	0.10		1.05	0.14
	2.32	0.15		9.15	0.20
	6.05	0.20		4.11	0.18
$c(Eu_2O_3/REO)$	0.15	0.04	$c(Ho_2O_3/REO)$	1.33	0.14
	0.21	0.05		1.11	0.15
	1.25	0.13		1.20	0.14
	0.15	0.04		3.05	0.17
	0.57	0.08		0.43	0.06
	<0.1	—		0.20	0.04
	<0.1	—		2.12	0.20
	0.77	0.04		0.86	0.08
$c(Gd_2O_3/REO)$	5.81	0.24	$c(Er_2O_3/REO)$	3.80	0.23
	5.89	0.19		2.92	0.18
	5.72	0.24		3.40	0.20
	0.90	0.08		3.61	0.30
	2.51	0.25		1.23	0.15
	1.11	0.12		0.53	0.07
	2.95	0.13		4.37	0.12
	6.38	0.14		1.94	0.17

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

表 10　再现性限(R)(方法 1)(续)

各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	再现性限(R) %	各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	再现性限(R) %
$c(Tm_2O_3/REO)$	0.14	0.04	$c(Lu_2O_3/REO)$	0.55	0.12
	<0.1	—		0.34	0.10
	1.27	0.12		0.44	0.09
	0.40	0.03		1.02	0.12
	0.06	0.08		0.14	0.06
	0.39	0.06		<0.1	—
	0.48	0.07		1.29	0.13
	1.81	0.18		0.33	0.06
$c(Yb_2O_3/REO)$	3.73	0.24	—	—	—
	2.34	0.16		—	—
	3.06	0.19		—	—
	9.08	0.25		—	—
	0.95	0.09		—	—
	0.40	0.06		—	—
	4.34	0.18		—	—
	1.67	0.31		—	—

5　方法 2:电感耦合等离子体发射光谱法

5.1　方法原理

试料经硝酸、盐酸和过氧化氢分解,在稀盐酸介质中,采用近似基体匹配消除稀土基体干扰,直接以氩等离子体光源激发,进行光谱测定。

5.2　试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

5.2.1　水,GB/T 6682,二级。

5.2.2　氧化钇 $w(REO)\geqslant 99.50\%$,$w(Y_2O_3/REO)>99.99\%$,经 950 ℃灼烧 1 h,冷却至室温。

5.2.3　氧化镧 $w(REO)\geqslant 99.50\%$,$w(La_2O_3/REO)>99.99\%$,经 950 ℃灼烧 1 h,冷却至室温。

5.2.4　氧化铈 $w(REO)\geqslant 99.50\%$,$w(CeO_2/REO)>99.99\%$,经 950 ℃灼烧 1 h,冷却至室温。

5.2.5　氧化镨 $w(REO)\geqslant 99.50\%$,$w(Pr_6O_{11}/REO)>99.99\%$,经 950 ℃灼烧 1 h,冷却至室温。

5.2.6　氧化钕 $w(REO)\geqslant 99.50\%$,$w(Nd_2O_3/REO)>99.99\%$,经 950 ℃灼烧 1 h,冷却至室温。

5.2.7　氧化钐 $w(REO)\geqslant 99.50\%$,$w(Sm_2O_3/REO)>99.99\%$,经 950 ℃灼烧 1 h,冷却至室温。

5.2.8　氧化铕 $w(REO)\geqslant 99.50\%$,$w(Eu_2O_3/REO)>99.99\%$,经 950 ℃灼烧 1 h,冷却至室温。

5.2.9　氧化钆 $w(REO)\geqslant 99.50\%$,$w(Gd_2O_3/REO)>99.99\%$,经 950 ℃灼烧 1 h,冷却至室温。

5.2.10　氧化铽 $w(REO)\geqslant 99.50\%$,$w(Tb_4O_7/REO)>99.99\%$,经 950 ℃灼烧 1 h,冷却至室温。

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

5.2.11 氧化镝 $w(REO)\geqslant 99.50\%$，$w(Dy_2O_3/REO)>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

5.2.12 氧化钬 $w(REO)\geqslant 99.50\%$，$w(Ho_2O_3/REO)>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

5.2.13 氧化铒 $w(REO)\geqslant 99.50\%$，$w(Er_2O_3/REO)>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

5.2.14 氧化铥 $w(REO)\geqslant 99.50\%$，$w(Tm_2O_3/REO)>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

5.2.15 氧化镱 $w(REO)\geqslant 99.50\%$，$w(Yb_2O_3/REO)>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

5.2.16 氧化镥 $w(REO)\geqslant 99.50\%$，$w(Lu_2O_3/REO)>99.99\%$，经 950 ℃灼烧 1 h，冷却至室温。

5.2.17 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

5.2.18 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

5.2.19 过氧化氢[$w(H_2O_2)\geqslant 30\%$]。

5.2.20 氧化钇标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 氧化钇(5.2.2)于 100 mL 烧杯中，用水(5.2.1)湿润，加入 5 mL 盐酸(5.2.17)和 1 mL 过氧化氢(5.2.19)，加热分解清亮，冷却后移入 100 mL 容量瓶中，用水(5.2.1)稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 1.00 mg 氧化钇。

5.2.21 氧化镧标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 氧化镧(5.2.3)于 100 mL 烧杯中，用水(5.2.1)湿润，加入 5 mL 盐酸(5.2.17)和 1 mL 过氧化氢(5.2.19)，加热分解清亮，冷却后移入 100 mL 容量瓶中，用水(5.2.1)稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 5.00 mg 氧化镧。

5.2.22 氧化铈标准贮存溶液：称取 0.200 0 g 氧化铈(5.2.4)于 100 mL 烧杯中，用水(5.2.1)湿润，加入 5 mL 硝酸(5.2.18)和 1 mL 过氧化氢(5.2.19)，于低温分解清亮(不清亮可重复操作)，冷却后移入 100 mL 容量瓶中，用水(5.2.1)稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 2.00 mg 氧化铈。

5.2.23 氧化镨标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 氧化镨(5.2.5)于 100 mL 烧杯中，用水(5.2.1)湿润，加入 5 mL 盐酸(5.2.17)和 1 mL 过氧化氢(5.2.19)，加热分解清亮，冷却后移入 100 mL 容量瓶中，用水(5.2.1)稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 5.00 mg 氧化镨。

5.2.24 氧化钕标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 氧化钕(5.2.6)于 100 mL 烧杯中，用水(5.2.1)湿润，加入 5 mL 盐酸(5.2.17)和 1 mL 过氧化氢(5.2.19)，加热分解清亮，冷却后移入 100 mL 容量瓶中，用水(5.2.1)稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 5.00 mg 氧化钕。

5.2.25 氧化钐标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 氧化钐(5.2.7)于 100 mL 烧杯中，用水(5.2.1)湿润，加入 5 mL 盐酸(5.2.17)和 1 mL 过氧化氢(5.2.19)，加热分解清亮，冷却后移入 100 mL 容量瓶中，用水(5.2.1)稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 5.00 mg 氧化钐。

5.2.26 氧化铕标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 氧化铕(5.2.8)于 100 mL 烧杯中，用水(5.2.1)湿润，加入 5 mL 盐酸(5.2.17)和 1 mL 过氧化氢(5.2.19)，加热分解清亮，冷却后移入 100 mL 容量瓶中，用水(5.2.1)稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 1.00 mg 氧化铕。

5.2.27 氧化钆标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 氧化钆(5.2.9)于 100 mL 烧杯中，用水(5.2.1)湿润，加入 5 mL 盐酸(5.2.17)和 1 mL 过氧化氢(5.2.19)，加热分解清亮，冷却后移入 100 mL 容量瓶中，用水(5.2.1)稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 5.00 mg 氧化钆。

5.2.28 氧化铽标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 氧化铽(5.2.10)于 100 mL 烧杯中，用水(5.2.1)湿润，加入 5 mL 盐酸(5.2.17)和 1 mL 过氧化氢(5.2.19)，加热分解清亮，冷却后移入 100 mL 容量瓶中，用水(5.2.1)稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 1.00 mg 氧化铽。

5.2.29 氧化镝标准贮存溶液：称取 0.300 0 g 氧化镝(5.2.11)于 100 mL 烧杯中，用水(5.2.1)湿润，加入 5 mL 盐酸(5.2.17)和 1 mL 过氧化氢(5.2.19)，加热分解清亮，冷却后移入 100 mL 容量瓶中，用水(5.2.1)稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 3.00 mg 氧化镝。

5.2.30 氧化钬标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 氧化钬(5.2.12)于 100 mL 烧杯中，用水(5.2.1)湿润，加入 5 mL 盐酸(5.2.17)和 1 mL 过氧化氢(5.2.19)，加热分解清亮，冷却后移入 100 mL 容量瓶中，用水(5.2.1)稀释至刻度，混匀，此溶液 1 mL 含 1.00 mg 氧化钬。

5.2.31 氧化铒标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 氧化铒(5.2.13)于 100 mL 烧杯中，用水(5.2.1)湿润，加入

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

5 mL 盐酸(5.2.17)和 1 mL 过氧化氢(5.2.19),加热分解清亮,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水(5.2.1)稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 5.00 mg 氧化铒。

5.2.32 氧化铥标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 氧化铥(5.2.14)于 100 mL 烧杯中,用水(5.2.1)湿润,加入 5 mL 盐酸(5.2.17)和 1 mL 过氧化氢(5.2.19),加热分解清亮,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水(5.2.1)稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1.00 mg 氧化铥。

5.2.33 氧化镱标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 氧化镱(5.2.15)于 100 mL 烧杯中,用水(5.2.1)湿润,加入 5 mL 盐酸(5.2.17)和 1 mL 过氧化氢(5.2.19),加热分解清亮,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水(5.2.1)稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 5.00 mg 氧化镱。

5.2.34 氧化镥标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 氧化镥(5.2.16)于 100 mL 烧杯中,用水(5.2.1)湿润,加入 5 mL 盐酸(5.2.17)和 1 mL 过氧化氢(5.2.19),加热分解清亮,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水(5.2.1)稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1.00 mg 氧化镥。

5.2.35 标准贮存溶液Ⅰ~Ⅷ:按表 11 称取各单一稀土氧化物(见 5.2.2~5.2.16)于 200 mL 烧杯中,用水(5.2.1)湿润,加入 10 mL 盐酸(5.2.17)和 1 mL 过氧化氢(5.2.19),加热分解清亮(不清亮可重复操作),冷却后移入 200 mL 容量瓶中,按表 12 移取相应标准贮存溶液(见 5.2.20~5.2.34)于 200 mL 容量瓶中,用水(5.2.1)稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 5.00 mg 稀土氧化物,各单一稀土氧化物浓度见表 13。

表 11 标准贮存溶液Ⅰ~Ⅷ各单一稀土氧化物称样量

单位为克

标液编号	氧化钇(5.2.2)	氧化镧(5.2.3)	氧化铈(5.2.4)	氧化镨(5.2.5)	氧化钕(5.2.6)	氧化钐(5.2.7)	氧化销(5.2.8)	氧化钆(5.2.9)
Ⅰ	0.690 0	—	—	—	—	—	—	—
Ⅱ	0.552 0	0.049 0	—	0.100 0	—	—	—	—
Ⅲ	0.414 0	0.139 0	—	—	0.139 0	—	—	—
Ⅳ	0.276 0	0.176 0	0.064 0	0.070 0	0.180 0	0.050 0	—	0.050 0
Ⅴ	0.138 0	0.246 0	0.120 0	0.050 0	0.230 0	0.070 0	—	0.070 0
Ⅵ	—	0.320 0	—	—	0.411 0	0.090 0	—	0.090 0
Ⅶ	—	0.470 0	0.200 0	—	0.100 0	0.100 0	—	0.100 0
Ⅷ	0.731 0	—	0.160 0	—	0.049 0	—	—	—
标液编号	氧化铽(5.2.10)	氧化镝(5.2.11)	氧化钬(5.2.12)	氧化铒(5.2.13)	氧化铥(5.2.14)	氧化镱(5.2.15)	氧化镥(5.2.16)	—
Ⅰ	—	0.120 0	—	—	—	—	—	—
Ⅱ	—	0.096 0	—	—	—	—	—	—
Ⅲ	—	0.072 0	—	—	—	—	—	—
Ⅳ	—	—	—	—	—	—	—	—
Ⅴ	—	—	—	—	—	—	—	—
Ⅵ	—	—	—	—	—	—	—	—
Ⅶ	—	—	—	—	—	—	—	—
Ⅷ	—	—	—	—	—	—	—	—

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

表 12　标准贮存溶液Ⅰ～Ⅷ各单一稀土氧化物贮存溶液移取量

单位为毫升

标液编号	氧化钇（5.2.20）	氧化镧（5.2.21）	氧化铈（5.2.22）	氧化镨（5.2.23）	氧化钕（5.2.24）	氧化钐（5.2.25）	氧化铕（5.2.26）	氧化钆（5.2.27）
Ⅰ	—	—	—	—	—	—	—	—
Ⅱ	—	—	2.00	—	5.00	2.00	2.00	2.00
Ⅲ	—	—	8.00	8.00	—	6.00	6.00	6.00
Ⅳ	—	—	—	—	—	—	10.00	—
Ⅴ	—	—	—	—	—	—	14.00	—
Ⅵ	34.50	—	0.50	4.00	—	—	18.00	—
Ⅶ	12.00	—	—	2.00	—	—	0.50	—
Ⅷ	—	5.00	—	1.00	—	1.00	20.00	1.00

标液编号	氧化铽（5.2.28）	氧化镝（5.2.29）	氧化钬（5.2.30）	氧化铒（5.2.31）	氧化铥（5.2.32）	氧化镱（5.2.33）	氧化镥（5.2.34）	—
Ⅰ	20.00	—	30.00	10.00	20.00	10.00	20.00	—
Ⅱ	16.00	—	24.00	8.00	16.00	8.00	16.00	—
Ⅲ	12.00	—	18.00	6.00	12.00	6.00	12.00	—
Ⅳ	8.00	16.00	12.00	4.00	8.00	4.00	8.00	—
Ⅴ	4.00	8.00	6.00	2.00	4.00	2.00	4.00	—
Ⅵ	1.00	2.00	1.50	0.50	1.00	0.50	1.00	—
Ⅶ	0.50	1.00	1.00	0.20	0.50	0.20	0.50	—
Ⅷ	—	—	—	—	—	—	—	—

表 13　标准贮存溶液Ⅰ～Ⅷ各单一稀土氧化物浓度

单位为毫克每毫升

标液编号	氧化钇	氧化镧	氧化铈	氧化镨	氧化钕	氧化钐	氧化铕	氧化钆
Ⅰ	3.45	0	0	0	0	0	0	0
Ⅱ	2.76	0.245	0.020	0.50	0.125	0.050	0.010	0.050
Ⅲ	2.07	0.695	0.080	0.20	0.695	0.15	0.030	0.15
Ⅳ	1.38	0.88	0.32	0.35	0.90	0.25	0.050	0.25
Ⅴ	0.69	1.23	0.60	0.25	1.15	0.35	0.070	0.35
Ⅵ	0.172 5	1.60	0.005 0	0.10	2.055	0.45	0.090	0.45
Ⅶ	0.060	2.35	1.00	0.050	0.50	0.50	0.002 5	0.50
Ⅷ	3.655	0.125	0.80	0.025	0.245	0.025	0.10	0.025

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

表 13　标准贮存溶液Ⅰ～Ⅷ各单一稀土氧化物浓度（续）

单位为毫克每毫升

标液编号	氧化铽	氧化镝	氧化钬	氧化铒	氧化铥	氧化镱	氧化镥	—
Ⅰ	0.10	0.60	0.15	0.25	0.10	0.25	0.10	—
Ⅱ	0.080	0.48	0.12	0.20	0.080	0.20	0.080	—
Ⅲ	0.060	0.36	0.090	0.15	0.060	0.15	0.060	—
Ⅳ	0.040	0.24	0.060	0.10	0.040	0.10	0.040	—
Ⅴ	0.020	0.12	0.030	0.050	0.020	0.050	0.020	—
Ⅵ	0.005 0	0.030	0.007 5	0.012 5	0.005 0	0.012 5	0.005 0	—
Ⅶ	0.002 5	0.015	0.005 0	0.005 0	0.002 5	0.005 0	0.002 5	—
Ⅷ	0	0	0	0	0	0	0	—

5.2.36　氩气(体积分数大于 99.99%)。

5.3　仪器

5.3.1　电感耦合等离子体发射光谱仪。在仪器最佳工作条件下,凡达到下列指标者均可使用:

——分辨率<0.006 nm(200 nm 处);

——精密度:1.0 μg/mL 的铜标准溶液测量 11 次,其信号强度的相对标准偏差不超过 2.5%。

5.3.2　光源:氩等离子体光源。

5.4　样品

5.4.1　离子型稀土矿混合稀土氧化物样品应在 105 ℃～110 ℃烘干 2 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

5.4.2　离子型稀土矿混合稀土草酸盐样品经 950 ℃灼烧后,研磨均匀,立即称量。

5.4.3　离子型稀土矿混合稀土碳酸盐样品直接称取。

5.4.4　离子型稀土矿混合氯化稀土料液直接移取。

5.5　试验步骤

5.5.1　试料或试液

按照表 14 称取或移取样品(5.4),精确至 0.001 g 或 0.1 mL。

表 14　试样称量/移取

样品	试样 g	试液 mL
离子型稀土矿混合稀土氧化物	0.1	—
离子型稀土矿混合稀土草酸盐	10	—
离子型稀土矿混合稀土碳酸盐	10	—
离子型稀土矿混合氯化稀土料液	—	5

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

5.5.2 平行测定

平行做两份试验，取其平均值。

5.5.3 分析试液的制备

5.5.3.1 离子型稀土矿混合稀土氧化物：将试料(5.5.1)置于 100 mL 烧杯中，加入 5 mL 盐酸(5.2.17)[含铈高的样品加入 5 mL 硝酸(5.2.18)]，加入 0.5 mL 过氧化氢(5.2.19)于加热溶解清亮。冷却至室温移入 100 mL 容量瓶中，用水(5.2.1)稀释至刻度，混匀。移取 5 mL 试液于 100 mL 烧杯中，加入 2 mL 盐酸(5.2.17)，根据稀土总量用水(5.2.1)稀释至稀土浓度为 0.25 mg/mL，混匀，若有不溶物，干过滤，待测定。

5.5.3.2 离子型稀土矿混合稀土草酸盐：将试料(5.5.1)置于 100 mL 烧杯中，经 950 ℃灼烧 1 h 后在干燥器中冷却至室温。后续步骤按 5.5.3.1 进行。

5.5.3.3 离子型稀土矿混合稀土碳酸盐：将试料(5.5.1)置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 水(5.2.1)，5 mL 盐酸(5.2.17)及 1 mL 过氧化氢(5.2.19)低温加热至溶解完全，冷却后移入 200 mL 容量瓶中，用水(5.2.1)稀释至刻度，混匀。移取相当于氧化稀土质量 0.25 g 的试液于 100 mL 容量瓶中，后续步骤按 5.5.3.1 进行。

5.5.3.4 离子型稀土矿混合氯化稀土料液：将试液(5.5.1)移入 100 mL 容量瓶中，用水(5.2.1)稀释至刻度，混匀。移取相当于氧化稀土质量 0.25 g 的试液于 100 mL 容量瓶中，后续步骤按 5.5.3.1 进行。

5.5.4 系列标准溶液的制备

分别移取 5.00 mL 标准贮存溶液Ⅰ～Ⅷ(见 5.2.35)于 8 个 100 mL 容量瓶中，加入 2.00 mL 盐酸(5.2.17)，冷却至室温后用水(5.2.1)稀释至刻度，混匀。系列标准溶液中各稀土氧化物浓度见表 15，系列标准溶液中各稀土氧化物配分量见表 16。

表 15 系列标准溶液各稀土氧化物浓度

单位为微克每毫升

标液标号	氧化钇	氧化镧	氧化铈	氧化镨	氧化钕	氧化钐	氧化铕	氧化钆
1	172.50	0	0	0	0	0	0	0
2	138.00	12.25	1.00	25.00	6.25	2.50	0.50	2.50
3	103.50	34.75	4.00	10.00	34.75	7.50	1.50	7.50
4	69.00	44.00	16.00	17.50	45.00	12.50	2.50	12.50
5	34.50	61.50	30.00	12.50	57.50	17.50	3.50	17.50
6	8.625	80.00	0.25	5.00	102.75	22.50	4.50	22.50
7	3.00	117.50	50.00	2.50	25.00	25.00	0.125	25.00
8	182.75	6.25	40.00	1.25	12.25	1.25	5.00	1.25
标液标号	氧化铽	氧化镝	氧化钬	氧化铒	氧化铥	氧化镱	氧化镥	—
1	5.00	30.00	7.50	12.50	5.00	12.50	5.00	—
2	4.00	24.00	6.00	10.00	4.00	10.00	4.00	—
3	3.00	18.00	4.50	7.50	3.00	7.50	3.00	—
4	2.00	12.00	3.00	5.00	2.00	5.00	2.00	—
5	1.00	6.00	1.50	2.50	1.00	2.50	1.00	—
6	0.25	1.50	0.375	0.625	0.25	0.625	0.25	—
7	0.125	0.75	0.25	0.25	0.125	0.25	0.125	—
8	0	0	0	0	0	0	0	—

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

表 16　系列标准溶液各稀土氧化物配分量

%

标液标号	氧化钇	氧化镧	氧化铈	氧化镨	氧化钕	氧化钐	氧化销	氧化钆
1	69.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
2	55.20	4.90	0.40	10.00	2.50	1.00	0.20	1.00
3	41.40	13.90	1.60	4.00	13.90	3.00	0.60	3.00
4	27.60	17.60	6.40	7.00	18.00	5.00	1.00	5.00
5	13.80	24.60	12.00	5.00	23.00	7.00	1.40	7.00
6	3.45	32.00	0.10	2.00	41.10	9.00	1.80	9.00
7	1.20	47.00	20.00	1.00	10.00	10.00	0.050	10.00
8	73.10	2.50	16.00	0.50	4.90	0.50	2.00	0.50
标液标号	氧化铽	氧化镝	氧化钬	氧化铒	氧化铥	氧化镱	氧化镥	—
1	2.00	12.00	3.00	5.00	2.00	5.00	2.00	—
2	1.60	9.60	2.40	4.00	1.60	4.00	1.60	—
3	1.20	7.20	1.80	3.00	1.20	3.00	1.20	—
4	0.80	4.80	1.20	2.00	0.80	2.00	0.80	—
5	0.40	2.40	0.60	1.00	0.40	1.00	0.40	—
6	0.10	0.60	0.15	0.25	0.10	0.25	0.10	—
7	0.050	0.30	0.10	0.10	0.050	0.10	0.050	—
8	0	0	0	0	0	0	0	—

5.5.5　测定

5.5.5.1　推荐分析线见表 17。

表 17　推荐分析线

单位为纳米

元素	分析线	元素	分析线
钇	244.219、320.332、371.029	铽	332.440
镧	408.672、379.477	镝	353.170
铈	413.765、413.380	钬	341.646
镨	405.654、424.293	铒	326.478
钕	401.225	铥	313.126
钐	443.432、428.078	镱	289.138
销	412.970	镥	261.542
钆	310.050	—	—

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

5.5.5.2 将分析试液(见 5.5.3)和系列标准溶液(见 5.5.4)同时进行氩等离子体发射光谱测定。

5.6 试验数据处理

十五个稀土元素氧化物配分量以百分数 $c_2(RE_xO_y/REO)$计,按公式(2)计算:

$$c_2(RE_xO_y/REO)=\frac{\rho_{RE_xO_y}}{\sum\rho_{RE_xO_y}}\times 100\% \quad \cdots\cdots(2)$$

式中:

$\rho_{RE_xO_y}$ ——各待测稀土元素的氧化物(Y_2O_3、La_2O_3、…、Lu_2O_3)浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$\sum\rho_{RE_xO_y}$ ——稀土元素的氧化物浓度之和,单位为微克每毫升(μg/mL)。

当结果小于1.00%时保留两位有效数字,当结果大于等于1.00%时保留小数点后两位,数值修约按GB/T 8170的规定执行。

5.7 精密度

5.7.1 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,在表18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18数据采用线性内插法或外延法求得。

表 18 重复性限(r)(方法 2)

各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	重复性限(r) %	各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	重复性限(r) %
Y_2O_3/REO	42.86	0.38	CeO_2/REO	3.03	0.08
	32.96	0.27		3.10	0.17
	37.88	0.29		2.87	0.11
	63.28	0.39		0.38	0.03
	13.76	0.31		1.35	0.06
	6.19	0.14		17.04	0.27
	56.08	0.23		1.50	0.05
	23.37	0.28		7.48	0.13
La_2O_3/REO	10.03	0.25	Pr_6O_{11}/REO	3.25	0.15
	17.02	0.19		4.71	0.12
	13.40	0.18		3.89	0.15
	1.35	0.05		0.52	0.03
	24.31	0.34		8.60	0.14
	38.08	0.40		8.94	0.19
	4.91	0.14		1.61	0.10
	20.85	0.22		4.90	0.22

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

表 18　重复性限(r)(方法 2)(续)

各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	重复性限(r) %	各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	重复性限(r) %
Nd_2O_3/REO	12.75	0.23	Tb_4O_7/REO	1.06	0.07
	17.15	0.29		1.00	0.04
	14.64	0.25		1.00	0.05
	1.85	0.06		1.27	0.05
	41.12	0.42		0.41	0.02
	25.07	0.29		0.19	0.02
	6.34	0.15		1.55	0.05
	20.13	0.20		0.71	0.02
Sm_2O_3/REO	4.48	0.16	Dy_2O_3/REO	6.54	0.13
	4.99	0.19		5.97	0.15
	4.64	0.12		6.13	0.15
	1.80	0.08		9.96	0.21
	2.09	0.08		2.50	0.10
	0.93	0.03		1.12	0.08
	2.25	0.05		9.29	0.15
	6.02	0.14		4.19	0.08
Eu_2O_3/REO	0.15	0.02	Ho_2O_3/REO	1.28	0.08
	0.20	0.02		1.08	0.05
	1.29	0.04		1.16	0.04
	0.16	0.02		3.01	0.11
	0.55	0.02		0.44	0.02
	0.08	0.02		0.20	0.02
	0.08	0.01		2.17	0.08
	0.79	0.02		0.85	0.03
Gd_2O_3/REO	5.75	0.17	Er_2O_3/REO	3.85	0.15
	5.75	0.16		2.96	0.11
	5.60	0.19		3.39	0.12
	0.86	0.05		3.50	0.12
	2.43	0.07		1.21	0.07
	1.06	0.05		0.55	0.03
	2.85	0.08		4.41	0.09
	6.31	0.12		1.97	0.06

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

表 18　重复性限(r)(方法 2)(续)

各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	重复性限(r) %	各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	重复性限(r) %
Tm_2O_3/REO	0.59	0.03	Lu_2O_3/REO	0.54	0.04
	0.40	0.02		0.31	0.02
	0.50	0.017		0.43	0.03
	1.76	0.08		1.02	0.07
	0.17	0.02		0.13	0.02
	0.08	0.01		0.06	0.01
	1.27	0.06		1.27	0.03
	0.40	0.02		0.36	0.02
Yb_2O_3/REO	3.81	0.14	—	—	—
	2.34	0.08		—	—
	3.11	0.12		—	—
	9.26	0.17		—	—
	0.95	0.03		—	—
	0.43	0.02		—	—
	4.42	0.17		—	—
	1.68	0.05		—	—

5.7.2　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，在表 19 给出的平均值范围内，这两个测试结果的测定值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 19 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 19　再现性限(R)(方法 2)

各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	再现性限(R) %	各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	再现性限(R) %
Y_2O_3/REO	42.86	0.70	La_2O_3/REO	10.03	0.28
	32.96	0.41		17.02	0.26
	37.88	0.46		13.40	0.39
	63.28	0.41		1.35	0.08
	13.76	0.31		24.31	0.44
	6.19	0.16		38.08	0.41
	56.08	0.46		4.91	0.24
	23.37	0.51		20.85	0.45

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

表 19　再现性限(R)(方法 2)(续)

各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	再现性限(R) %	各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	再现性限(R) %
CeO_2/REO	3.03	0.14	Eu_2O_3/REO	0.15	0.02
	3.10	0.22		0.20	0.02
	2.87	0.14		1.29	0.05
	0.38	0.04		0.16	0.04
	1.35	0.08		0.55	0.03
	17.04	0.29		0.08	0.02
	1.50	0.11		0.08	0.02
	7.48	0.17		0.79	0.04
Pr_6O_{11}/REO	3.25	0.18	Gd_2O_3/REO	5.75	0.20
	4.71	0.29		5.75	0.17
	3.89	0.30		5.60	0.20
	0.52	0.05		0.86	0.06
	8.60	0.16		2.43	0.13
	8.94	0.24		1.06	0.07
	1.61	0.11		2.85	0.12
	4.90	0.29		6.31	0.15
Nd_2O_3/REO	12.75	0.38	Tb_4O_7/REO	1.06	0.09
	17.15	0.39		1.00	0.07
	14.64	0.32		1.00	0.06
	1.85	0.12		1.27	0.07
	41.12	0.61		0.41	0.04
	25.07	0.34		0.19	0.03
	6.34	0.32		1.55	0.09
	20.13	0.40		0.71	0.04
Sm_2O_3/REO	4.48	0.20	Dy_2O_3/REO	6.54	0.18
	4.99	0.21		5.97	0.17
	4.64	0.14		6.13	0.16
	1.80	0.10		9.96	0.23
	2.09	0.10		6.54	0.18
	0.93	0.05		5.97	0.17
	2.25	0.09		6.13	0.16
	6.02	0.21		9.96	0.23

粉体圈 www.360powder.com 标准下载

表 19　再现性限(R)(方法 2)(续)

各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	再现性限(R) %	各稀土元素氧化物质量分数/稀土总量	配分量 %	再现性限(R) %
Ho_2O_3/REO	1.28	0.12	Yb_2O_3/REO	3.81	0.20
	1.08	0.11		2.34	0.10
	1.16	0.09		3.11	0.14
	3.01	0.12		9.26	0.24
	0.44	0.03		0.95	0.04
	0.20	0.03		0.43	0.04
	2.17	0.10		4.42	0.21
	0.85	0.04		1.68	0.07
Er_2O_3/REO	3.85	0.24	Lu_2O_3/REO	0.54	0.07
	2.96	0.12		0.31	0.03
	3.39	0.16		0.43	0.04
	3.50	0.23		1.02	0.08
	1.21	0.10		0.13	0.03
	0.55	0.05		0.06	0.01
	4.41	0.23		1.27	0.04
	1.97	0.10		0.36	0.04
Tm_2O_3/REO	0.59	0.06	—	—	—
	0.40	0.04		—	—
	0.50	0.03		—	—
	1.76	0.11		—	—
	0.17	0.02		—	—
	0.08	0.01		—	—
	1.27	0.07		—	—
	0.40	0.03		—	—

粉体圈 www.360powder.com 标准下载