



中华人民共和国国家标准

GB/T 18114.8—2010
代替 GB/T 18114.8—2000

稀土精矿化学分析方法 第 8 部分：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 methods of rare earth concentrates—
Part 8: Determination of fifteen rare earth oxide relative contents—
Inductively coupled plasma emission spectrometry

2011-01-14 发布

2011-11-01 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

GB/T 18114《稀土精矿化学分析方法》共分 11 个部分：

- 第 1 部分：稀土氧化物总量的测定 重量法；
- 第 2 部分：氧化钪量的测定；
- 第 3 部分：氧化钙量的测定；
- 第 4 部分：氧化铈、氧化镨、氧化钬量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 5 部分：氧化铝量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 6 部分：二氧化硅量的测定；
- 第 7 部分：氧化铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 8 部分：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；
- 第 9 部分：五氧化二磷量的测定 磷钼钼蓝分光光度法；
- 第 10 部分：水分的测定 重量法；
- 第 11 部分：氟量的测定 EDTA 滴定法。

本部分为第 8 部分。

本部分是对 GB/T 18114.8—2000《独居石精矿化学分析方法 氧化钪量的测定》的修订。

本部分与 GB/T 18114.8—2000 相比，主要变化如下：

- 由测定氧化钪量调整为测定 15 个稀土元素氧化物的配分量；
- 增加了精密度条款；
- 增加了质量保证和控制条款。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分由包头稀土研究院、中国有色金属工业部分计量质量研究所负责起草。

本部分由内蒙古包钢稀土(集团)科技股份有限公司起草。

本部分由赣州虔东稀土集团股份有限公司、包头稀土研究院参加起草。

本部分主要起草人：张桂梅、杨春红、曹俊杰。

本部分参加起草人：温斌、姚南红、祁生平、李玉梅、王安丽。

稀土精矿化学分析方法
第 8 部分：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

GB/T 18114 的本部分规定了稀土精矿中十五个稀土元素氧化物配分量的测定方法。
本部分适用于稀土精矿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

稀土氧化物	测定范围(配分量)/%
氧化镧、氧化铈	15.00~60.00
氧化镨、氧化钕	1.00~10.00
氧化钐、氧化铈、氧化钇、氧化铽、氧化镱、 氧化铕、氧化钆、氧化铈、氧化镨、氧化钕	0.10~10.00

2 方法原理

试料经碱熔,过滤后,盐酸酸化。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 试剂和材料

- 3.1 氢氧化钠。
- 3.2 过氧化钠。
- 3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.5 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。
- 3.6 过氧化氢(30%)。
- 3.7 盐酸(1+1)。
- 3.8 盐酸(1+19)。
- 3.9 硝酸(1+1)。
- 3.10 氢氧化钠洗液(20 g/L)。
- 3.11 氧化镧标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900 ℃灼烧 1 h 的氧化镧 [$w(\text{REO}) > 99.5\%$, $w(\text{La}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$],置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.7),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 氧化镧。再将此溶液用盐酸(3.8)稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镧的标准溶液。
- 3.12 氧化铈标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900 ℃灼烧 1 h 的氧化铈 [$w(\text{REO}) > 99.5\%$, $w(\text{CeO}_2/\text{REO}) > 99.99\%$],置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(3.9),低温加热,并滴加过氧化氢(3.6)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

氧化铈。再将此溶液用盐酸(3.8)稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铈的标准溶液。

3.13 氧化镨标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化镨 [$w(\text{REO}) > 99.5\%$, $w(\text{Pr}_6\text{O}_{11}/\text{REO}) > 99.99\%$],置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.7),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 氧化镨。再将此溶液用盐酸(3.8)稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镨的标准溶液。

3.14 氧化钕标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化钕 [$w(\text{REO}) > 99.5\%$, $w(\text{Nd}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$],置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.7),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 氧化钕。再将此溶液用盐酸(3.8)稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钕的标准溶液。

3.15 氧化钐标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化钐 [$w(\text{REO}) > 99.5\%$, $w(\text{Sm}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$],置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.7),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 氧化钐。再将此溶液用盐酸(3.8)稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钐的标准溶液。

3.16 氧化铕标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化铕 [$w(\text{REO}) > 99.5\%$, $w(\text{Eu}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$],置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.7),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 氧化铕。再将此溶液用盐酸(3.8)稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铕的标准溶液。

3.17 氧化钆标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化钆 [$w(\text{REO}) > 99.5\%$, $w(\text{Gd}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$],置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(1+1),低温加热溶解至清,取下冷却,溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钆。再将此溶液用盐酸(3.8)稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钆的标准溶液。

3.18 氧化铽标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化铽 [$w(\text{REO}) > 99.5\%$, $w(\text{Tb}_4\text{O}_7/\text{REO}) > 99.99\%$],置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(3.9),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 氧化铽。再将此溶液用盐酸(3.8)稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铽的标准溶液。

3.19 氧化镱标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化镱 [$w(\text{REO}) > 99.5\%$, $w(\text{Dy}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$],置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.7),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。再将此溶液用盐酸(3.8)稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镱的标准溶液。

3.20 氧化铟标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化铟 [$w(\text{REO}) > 99.5\%$, $w(\text{Ho}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$],置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.7),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 氧化铟。再将此溶液用盐酸(3.8)稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铟的标准溶液。

3.21 氧化铒标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化铒 [$w(\text{REO}) > 99.5\%$, $w(\text{Er}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$],置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.7),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。再将此溶液用盐酸(3.8)稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铒的标准溶液。

3.22 氧化镱标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化镱 [$w(\text{REO}) > 99.5\%$, $w(\text{Tm}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$],置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.7),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。再将此溶液用盐酸(3.8)稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镱的标准溶液。

3.23 氧化镱标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化镱 [$w(\text{REO}) > 99.5\%$, $w(\text{Yb}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$],置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.7),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。再将此溶液用盐酸(3.8)稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镱的标准溶液。

3.24 氧化镨标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化镨 [$w(\text{REO}) > 99.5\%$, $w(\text{Lu}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$],置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.7),低温加热至溶解完全,冷却至室温,溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化镨。再将此溶液用盐酸(3.8)稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镨的标准溶液。

3.25 氧化铈标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化铈 [$w(\text{REO}) > 99.5\%$, $w(\text{Y}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$],置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.7),低温加热至溶解完全,冷却至室温,溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化铈。再将此溶液用盐酸(3.8)稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铈的标准溶液。

3.26 氩气 [$w(\text{Ar}) > 99.99\%$]。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体发射光谱仪:分辨率 $< 0.006 \text{ nm}$ (200 nm 处)。

4.2 光源:氩等离子体光源。

5 试样

5.1 试样的粒度应研磨至通过 0.074 mm 筛。

5.2 试样经 105 °C ~ 110 °C 干燥 2 h, 置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.50 g 试样(5),精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

称取两份试料(6.1),进行平行测定,取其平均值。

6.3 分析试液的制备

6.3.1 将试料(6.1)置于 30 mL 镍坩埚[盛有 3 g 氢氧化钠(3.1)预先已加热除去水分]中,覆盖 1.5 g 过氧化钠(3.2),加热除去水分,摇动坩埚使试样散开,盖好坩埚盖,置于 750 °C 马弗炉中熔融至樱红并保持 5 min ~ 10 min (中间取出摇动一次),取出稍冷。

6.3.2 将坩埚置于盛有 120 mL 热水的烧杯中浸取。待剧烈作用停止后,用水冲洗坩埚及外壁,加入 2 mL 盐酸溶液(3.7)洗涤坩埚,用水洗净取出坩埚及坩埚盖,控制体积约 180 mL。将溶液煮沸 2 min,稍冷。用中速滤纸过滤,以氢氧化钠溶液(3.10)洗涤烧杯 2 ~ 3 次,洗涤沉淀 5 ~ 6 次。

6.3.3 将沉淀连同滤纸放入原烧杯中,加入 30 mL 硝酸(3.4)、3 mL ~ 5 mL 高氯酸(3.5),盖上表面皿,破坏滤纸和溶解沉淀。待剧烈作用停止后,继续冒烟并蒸至体积约 2 mL ~ 3 mL,取下,冷却至室温,加入 5 mL 盐酸(3.7),加热,溶解清亮,取下,冷却至室温。

6.3.4 将试液(6.3.3)转移至 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。移取 5.00 mL 该试液于 50 mL 容量瓶中,以盐酸(3.8)稀释至刻度,混匀。

6.4 系列标准溶液的配制

将各稀土氧化物标准溶液(3.11 ~ 3.25)按表 2 分别移入 3 个 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.8)稀释

至刻度,制得标准系列溶液,系列标准溶液质量浓度见表 2。

表 2

标液标号	各稀土浓度/(μg/mL)							
	氧化镧	氧化铈	氧化镨	氧化钕	氧化钐	氧化铈	氧化钇	氧化铽
1	0	0	0	0	0	0	0	0
2	10.0	80.0	1.0	1.0	0.5	0.5	0.5	0.5
3	60.0	20.0	20.0	20.0	5.0	5.0	5.0	5.0

标液标号	各稀土浓度/(μg/mL)							
	氧化镨	氧化钆	氧化铈	氧化铈	氧化铈	氧化镨	氧化钇	氧化铈
1	0	0	0	0	0	0	0	0
2	1.0	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	1.0
3	10.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	10.0

6.5 测定

6.5.1 推荐分析线见表 3。

表 3

元素	分析线/nm	元素	分析线/nm
La	398.852	Dy	353.170
Ce	446.021	Ho	339.898
Pr	410.070	Er	337.371
Nd	430.358	Tm	313.126
Sm	360.949	Yb	328.937
Eu	272.778	Lu	261.542
Gd	310.050	Y	371.030
Tb	332.440	Th	332.440

6.5.2 将分析试液(6.3.4)与系列标准溶液(6.4)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)计算十五个稀土元素氧化物的配分量(%)：

$$\rho(\%) = \frac{\rho_i}{\sum \rho_j} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- ρ ——精矿中十五个稀土元素氧化物的配分量(%)；
- ρ_i ——待测稀土元素氧化物的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL)；
- ∑ρ_j ——各稀土元素氧化物的质量浓度之和,单位为微克每毫升(μg/mL)。

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

氧化物	质量分数/%	重复性限(r)/%	氧化物	质量分数/%	重复性限(r)/%
氧化铜	26.39	0.24	氧化镉	7.25	0.17
	37.76	0.43		—	—
氧化铈	47.25	0.26	氧化钽	0.14	0.04
	50.45	0.33		1.84	0.06
氧化镨	3.65	0.18	氧化铪	5.67	0.16
	5.06	0.36		—	—
氧化铈	9.26	0.28	氧化铊	0.89	0.05
	15.31	0.30		—	—
氧化钐	0.67	0.10	氧化铈	5.61	0.16
	1.14	0.19		—	—
氧化铕	0.20	0.03	氧化镱	0.78	0.04
	—	—		—	—
氧化钆	0.21	0.03	氧化钇	0.25	0.04
	—	—		—	—
氧化铽	0.75	0.04	—	—	—
	—	—		—	—
注：重复性限(r)为 $2.8 \times S_r$ ， 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 所列允许差。

表 5

氧化物	配分量/%	允许差/%
氧化铜、氧化铈	15.00~30.00	0.35
	>30.00~40.00	0.45
	>40.00~50.00	0.50
	>50.00~60.00	0.55
氧化镨、氧化铈	1.00~5.00	0.25
	>5.00~10.00	0.40
氧化钐、氧化铕、氧化钆、氧化铽、氧化镉、氧化钽、氧化钽、氧化铪、氧化铊、氧化铈、氧化镱、氧化钇	0.10~1.00	0.15
	>1.00~10.00	0.25

9 质量保证和控制

每周用自制的控制标样(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。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
稀土精矿化学分析方法
第 8 部分: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
GB/T 18114.8—2010

*

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

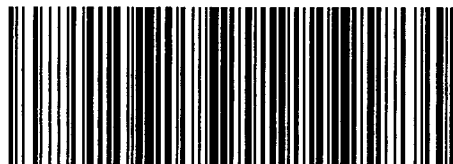
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2011 年 7 月第一版 2011 年 7 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-42509 定价 16.00 元



GB/T 18114.8-2010

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