

### 电感耦合等离子发射光谱法测定电池级混合稀土金属中镧、铈、镨、钕、锌、镁、铁和硅含量

Chemical analysis methods of making battery misch rare earth metal by Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry -Determination of lanthanum 、 cerium 、 praseodymium 、 neodymium 、 zinc、 magnesium 、 iron、 silicon contents

(报批稿)

2015-11-30 发布

2016-02-28 实施

---

内蒙古自治区质量技术监督局 发布



## 前 言

本标准按照GB/T1.1-2009给出的规则起草。

本标准由内蒙古稀土标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司、国家稀土产品质量监督检验中心、包头稀土研究院、包头出入境检验检疫局、包头华美稀土高科有限公司、包头金蒙稀土有限责任公司。

本标准主要起草人：贺云芳、张桂梅、周晓东、庞颂东、孙磐、冯中泽、何中、曹俊杰、李淑萍、姚媛芳、马永亮、李君、郝茜、旭仁花、龚建华、肖革。





表 1 镧、铈、镨、钕混合标准贮存溶液的配制

元素	镧、铈、镨、钕混合标准贮存溶液 1#		镧、铈、镨、钕混合标准贮存溶液 2#	
	氧化物称取量 g	浓度 mg/mL	氧化物称取量 g	浓度 mg/mL
La	0	0	0.5864	2.00
Ce	0	0	1.5355	5.00
Pr	0	0	0.3020	1.00
Nd	0	0	0.5832	2.00
元素	镧、铈、镨、钕混合标准贮存溶液 3#		镧、铈、镨、钕混合标准贮存溶液 4#	
	氧化物称取量 g	浓度 mg/mL	氧化物称取量 g	浓度 mg/mL
La	0.7916	2.70	1.4661	5.00
Ce	1.7812	5.80	0.9214	3.00
Pr	0.1510	0.50	0.4531	1.50
Nd	0.2916	1.00	0.1458	0.50
元素	镧、铈、镨、钕混合标准贮存溶液 5#			
	氧化物称取量 g	浓度 mg/mL		
La	1.9058	6.50		
Ce	0.7679	2.50		
Pr	0.0604	0.20		
Nd	0.2332	0.80		

4.9 非稀土杂质混合标准溶液的配制:准确移取铁、锌、镁的标准溶液(4.7)各5.00mL及硅的标准溶液(4.7) 10.00mL于100mL容量瓶中,保持5%盐酸酸度定容,摇匀,此混合标准溶液浓度为含铁、硅、锌、镁均为50ug/mL。

4.10 氩气(纯度>99.99%)。

## 5 仪器

5.1 电感耦合等离子体光谱仪,在波长200nm处分辨率<0.006nm。

5.2 氩等离子体光源。

## 6 试样

6.1 金属试样应去掉表面氧化层,取样后立即称量。

6.2 氧化物试样于900℃灼烧1h,置于干燥器中冷却至室温,立即称量。

6.3 其它试样可直接称量。

## 7 分析步骤

## 7.1 试料

### 7.1.1 金属试料

称取1.0g试样（6.2），精确至0.0001g。

### 7.1.2 氧化物试料

根据金属与氧化物的换算系数，计算称样量（6.1），精确至0.0001g。

## 7.2 测定次数

称取二份试料，进行平行测定，取其平均值。

## 7.3 分析试液的制备

将试料（7.1）置于100mL烧杯中，加入10mL水，加10mL盐酸（4.4），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入50mL容量瓶中用水稀释至刻度，摇匀，再移取2.50mL至50mL容量瓶，用盐酸（4.6）定容，摇匀，待测。

## 7.4 工作用标准系列溶液的配制

准确移取盐酸10.00mL（1.2.1）至100mL容量瓶中，控制酸度为5%盐酸，定容、摇匀，即为标准溶液1#，此溶液含稀土单质总浓度均为0.0mg/mL，非稀土杂质浓度为0.0ug/mL；将镧、铈、镨、钕混合标准贮存溶液2#分取10.00mL至100mL容量瓶中，准确移取非稀土杂质混合标准溶液（4.9）1.00mL于此容量瓶中，控制酸度为5%盐酸，定容、摇匀，即为标准溶液2#，此溶液含稀土单质总浓度均为1.0mg/mL，非稀土杂质浓度为0.50ug/mL；将镧、铈、镨、钕混合标准贮存溶液3#分取10.00mL至100mL容量瓶中，准确移取非稀土杂质混合标准溶液（4.9）2.00mL于此容量瓶中，控制酸度为5%盐酸，定容、摇匀，即为标准溶液3#，此溶液含稀土单质总浓度均为1.0mg/mL，非稀土杂质浓度为1.0ug/mL；将镧、铈、镨、钕混合标准贮存溶液4#分取10.00mL至100mL容量瓶中，准确移取非稀土杂质混合标准溶液（4.9）6.00mL于此容量瓶中，控制酸度为5%盐酸，定容、摇匀，即为标准溶液4#，此溶液含稀土单质总浓度均为1.0mg/mL，非稀土杂质浓度为3.0ug/mL；将镧、铈、镨、钕混合标准贮存溶液5#分取10.00mL至100mL容量瓶中，准确移取非稀土杂质混合标准溶液（4.9）10.00mL于此容量瓶中，控制酸度为5%盐酸，定容、摇匀，即为标准溶液5#，此溶液含稀土单质总浓度均为1.0mg/mL，非稀土杂质浓度为5.0ug/mL。

## 7.5 测定

### 7.5.1 推荐分析线见表2。

表2 推荐分析线

元素	分析线 nm	元素	分析线 nm
La	384.883	Zn	213.857
Ce	418.660	Mg	285.213
Pr	422.303	Fe	238.204
Nd	430.351	Si	251.611

### 7.5.2 将分析试液（7.3）与标准系列溶液（7.4）同时进行氩等离子体光谱测定。

8 分析结果的表述

将标准系列溶液（7.4）的含量直接输入计算机，根据标准系列溶液（7.4）和分析试液（7.3）的强度值，由计算机计算、校正并输出分析试液（7.3）中被测稀土元素的浓度c。

按式（1）计算待测稀土元素的质量分数（%），数值修约按GB/T 8170规定进行：

$$\omega(X) = \frac{k c V_0 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：  
k ——各元素单质与其氧化物的换算系数，见表 3。计算单质元素含量时，k=1；  
c ——自工作曲线上查得被测稀土元素的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；  
V<sub>0</sub>——试液总体积，单位为毫升（mL）；  
m<sub>0</sub>——试料的质量，单位为克（g）。

表 3 单质与其氧化物的换算系数

元素	k	元素	k
La	1.1729	Zn	1.2447
Ce	1.2285	Mg	1.6581
Pr	1.2082	Fe	1.4300
Nd	1.1665	Si	2.1390

9 精密度

9.1 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 重复性线

元素	质量分数 %	重复性限 (r) %	元素	质量分数 %	重复性限 (r) %
镧	27.20	0.11	锌	0.075	0.0051
	50.92	0.71		0.23	0.073
铈	29.07	0.56	镁	0.055	0.0042
	51.69	0.12		0.33	0.065
镨	3.02	0.05	铁	0.064	0.0058
	5.48	0.34		0.13	0.046
钕	7.99	0.10	硅	0.072	0.0041
	15.63	0.23		0.18	0.061
注：重复性限 (r) 为 $2.8\times Sr$ ，Sr 为重复性标准差。					

9.2 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 允许差范围

元素	质量分数 %	允许差 %	元素	质量分数 %	允许差 %
铜、铈	20.00~50.00	0.80	锌、镁、铁、硅	0.05~0.10	0.006
	>50.00~80.00	0.65		>0.10~0.50	0.08
镨、钕	2.00~10.00	0.50			
	>10.00~20.00	0.30			

## 10 质量保证与控制

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。