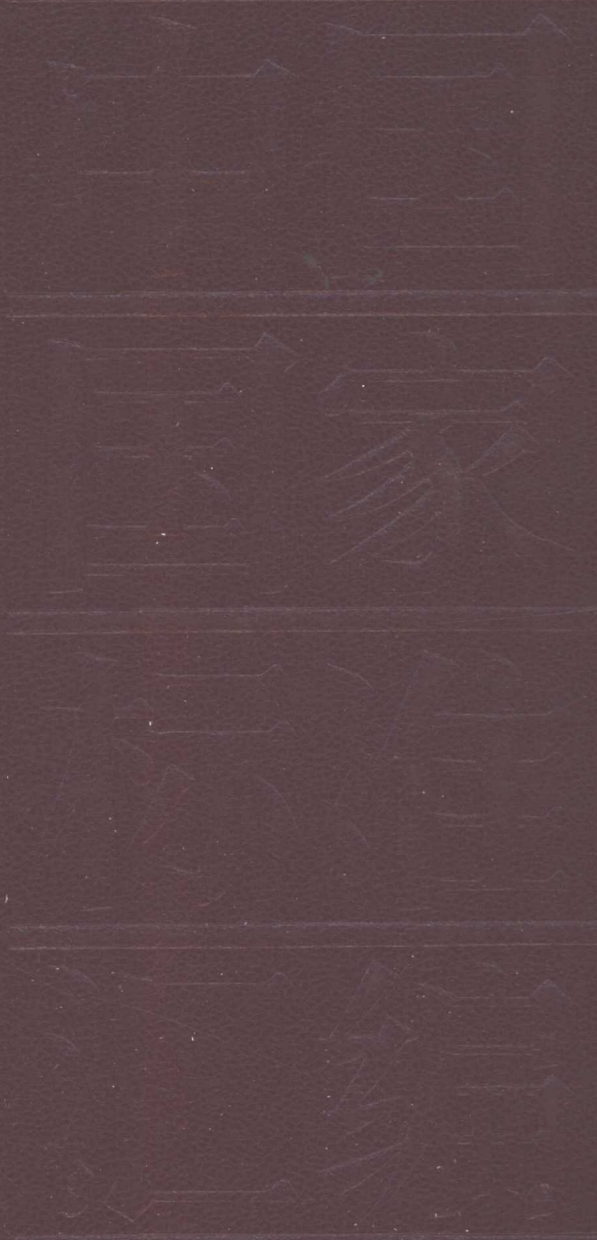




2000 年制定



中国国家标准汇编

273

GB 18115~18143

(2000 年制定)

中国标准出版社

2001

中国国家标准汇编

273

GB 18115~18143

(2000年制定)

中国标准出版社总编室 编

*

中国标准出版社出版

北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码 100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

开本 880×1230 1/16 印张 44³/₄ 字数 1 368 千字

2002年1月第一版 2002年1月第一次印刷

*

ISBN 7-5066 2611-X/TB·759

印数 1—2 000 定价 120.00 元

网址 www.bzcb.com

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

出版说明

1. 《中国国家标准汇编》是一部大型综合性国家标准全集。自 1983 年起,按国家标准顺序号以精装本、平装本两种装帧形式陆续分册汇编出版。本《汇编》在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构,工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

2. 本《汇编》收入我国正式发布的全部国家标准。各分册中如有顺序号缺号的,除特殊情况注明外,均为作废标准号或空号。

3. 由于本《汇编》的出版时间与新国家标准的发布时间已达到基本同步,我社将在每年出版前一年发布的新制定的国家标准,便于读者及时使用。出版的形式不变,分册号继续顺延。

4. 由于标准不断修订,修订信息不能在本《汇编》中得到充分和及时的反映,根据多年来读者的要求,自 1995 年起,在本《汇编》汇集出版前一年发布的新制定的国家标准的同时,新增出版前一年发布的被修订的标准的汇编版本,视篇幅分设若干分册。这些修订标准汇编的正书名、版本形式与《中国国家标准汇编》相同,但不占总的分册号,仅在封面和书脊上注明“19××年修订-1,-2,-3,…”字样,作为本《汇编》的补充。读者配套购买则可收齐前一年制定和修订的全部国家标准。

5. 由于读者需求的变化,自第 201 分册起,仅出版精装本。

本分册为第 273 分册,收入国家标准 GB 18115~18143 的最新版本。

中国标准出版社

2001 年 10 月

目 录

GB/T 18115.1—2000	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氧化镧中氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钇、氧化铈、氧化钐、氧化钕、氧化铪、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	1
GB/T 18115.2—2000	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氧化铈中氧化镧、氧化镨、氧化钆、氧化钇、氧化铈、氧化钐、氧化钕、氧化铪、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	6
✓ GB/T 18115.3—2000	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氧化镨中氧化镧、氧化铈、氧化钆、氧化钇、氧化铈、氧化钐、氧化钕、氧化铪、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	10
✓ GB/T 18115.4—2000	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氧化钆中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钐、氧化钕、氧化铪、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	14
✓ GB/T 18115.5—2000	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氧化钇中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钐、氧化钕、氧化铪、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	18
✓ GB/T 18115.6—2000	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氧化钐中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钐、氧化钕、氧化铪、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	22
✓ GB/T 18115.7—2000	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氧化铈中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钐、氧化钕、氧化铪、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	26
✓ GB/T 18115.8—2000	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氧化铈中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钐、氧化钕、氧化铪、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	30
✓ GB/T 18115.9—2000	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氧化铈中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钐、氧化钕、氧化铪、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	34
✓ GB/T 18115.10—2000	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氧化铈中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钐、氧化钕、氧化铪、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	38
GB/T 18116.1—2000	氧化钐钐化学分析方法 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定氧化钐钐中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钐、氧化钕、氧化铪、氧化铈、氧化铈和氧化铈量	42
GB/T 18116.2—2000	氧化钐钐化学分析方法 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定氧化钐钐中氧化钐量	48
GB/T 18116.3—2000	氧化钐钐化学分析方法 荧光光度法测定氧化钐钐中氧化钐量	50
GB/T 18117—2000	照相 已加工照相彩色胶片和相纸照片 影像稳定性试验方法	52
GB/T 18118—2000	合成生胶中防老剂含量的测定 高效液相色谱法	82
GB/T 18119—2000	低比特率通信的视频编码	87

GB/T 18120—2000	移动通信选择呼叫和数据设备测量方法	124
GB/T 18121—2000	视听、视频及电视设备和系统教育和训练用录像磁带的引带和尾带	147
GB/T 18122—2000	视听设备和系统 标牌——电源标志	151
GB/T 18123—2000	音频、视频及视听系统 视频系统 Y/C 连接器的应用和优选电配接值 ...	155
GB/T 18124—2000	质量数据报文	160
GB/T 18125—2000	交货计划报文	200
GB/T 18126—2000	国际贸易付款条款的缩略语——PAYTERMS	244
GB/T 18127—2000	物流单元的编码与符号标记	252
GB/T 18128—2000	应用错误与确认报文	264
GB/T 18129—2000	价格/销售目录报文	284
GB/T 18130—2000	参与方信息报文	398
GB/T 18131—2000	国际贸易用标准运输标志	420
GB/T 18132—2000	丝绸服装	427
GB/T 18134.1—2000	极快速冲击高电压试验技术 第1部分:气体绝缘变电站中陡波前 过电压用测量系统	433
GB/T 18135—2000	电气工程 CAD 制图规则	450
GB 18136—2000	高压静电防护服装及试验方法	464
GB/T 18137.1—2000	信息技术 开放系统互连 ACSE 协议一致性测试套 第1部分:测试 套结构和测试目的	470
GB/T 18138.1—2000	信息技术 开放系统互连 表示层一致性测试套 第1部分:表示协议 测试套结构和测试目的	488
GB/T 18138.2—2000	信息技术 开放系统互连 表示层一致性测试套 第2部分:ASN.1 基本编码测试套结构和测试目的	523
GB/T 18139.1—2000	信息技术 代码值交换的通用结构 第1部分:编码方案的标识	555
GB/T 18139.2—2000	信息技术 代码值交换的通用结构 第2部分:编码方案的登记	562
GB/T 18140—2000	信息技术 130mm 盒式光盘上的数据交换 容量:每盒 1G 字节	569
GB/T 18141—2000	信息技术 130mm 一次写入多次读出磁光盒式光盘的信息交换	637
GB/T 18142—2000	信息技术 数据元素值格式记法	696
GB 18143—2000	眼科仪器 试镜架	703

前 言

目前尚未查到与本标准相应的国际标准和国外先进标准。本标准是为了满足相应产品标准的需要而制定。

本标准与 GB/T 12690—1990《稀土金属及其氧化物化学分析方法》和 GB/T 10074—1989《氧化钪化学分析方法》不同之处：

1) 本标准采用电感耦合等离子体发射光谱法测定测定稀土元素,而 GB/T 12690—1990 绝大部分采用电弧激发的发射光谱法;

2) 本标准均可测定每种稀土氧化物中的 14 种稀土杂质;

3) 本标准的测定范围宽。

本标准遵守：

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准由国家发展计划委员会稀土办公室提出。

本标准由全国稀土标准化技术委员会归口。

本标准由北京有色金属研究总院、江阴加华新材料资源有限公司、上海跃龙有色金属有限公司负责起草。

本标准主要起草单位和起草人见下表：

标 准 号	起 草 单 位	主要起草人
GB/T 18115.1—2000	江阴加华新材料资源有限公司	李小军 王寿虹
GB/T 18115.2—2000	淄博加华新材料资源有限公司	庄永泉 贾福玉 刘长水
GB/T 18115.3—2000	北京有色金属研究总院 江阴加华新材料资源有限公司	刘文华 倪菊华 刘鹏宇
GB/T 18115.4—2000	鑫光集团珠江冶炼厂	王伟文
GB/T 18115.5—2000	北京有色金属研究总院	江 红 杨 萍 刘鹏宇 童 坚
GB/T 18115.6—2000	方正集团溧阳稀土总厂	诸宣才
GB/T 18115.7—2000	北京有色金属研究总院	童 坚 刘鹏宇 江 红 杨 萍
GB/T 18115.8—2000	宜兴稀土厂	胡存登 许彩云
GB/T 18115.9—2000	北京有色金属研究总院	刘鹏宇 童 坚 杨 萍 江 红
GB/T 18115.10—2000	北京有色金属研究总院	杨 萍 江 红 童 坚 刘鹏宇

中华人民共和国国家标准

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氧化镧中 氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钇、氧化铈、 氧化钐、氧化铽、氧化镱、氧化铈、氧化铈、 氧化铈、氧化铈、氧化铈和氧化铈量

GB/T 18115.1—2000

Lanthanum oxide—Determination of cerium oxide, praseodymium oxide, neodymium oxide, samarium oxide, europium oxide, gadolinium oxide, terbium oxide, dysprosium oxide, holmium oxide, erbium oxide, thulium oxide, ytterbium oxide, lutetium oxide and yttrium oxide contents—Inductively coupled plasma atomic emission spectrographic method

1 范围

本标准规定了氧化镧中氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钇、氧化铈、氧化钐、氧化铽、氧化镱、氧化铈、氧化铈、氧化铈和氧化铈含量的测定方法。

本标准适用于氧化镧中氧化铈、氧化镨、氧化钆、氧化钇、氧化铈、氧化钐、氧化铽、氧化镱、氧化铈、氧化铈、氧化铈和氧化铈含量的测定。测定范围见表 1。

表 1

氧化物	测定范围, %	氧化物	测定范围, %
氧化铈	0.000 5~0.010	氧化铈	0.000 5~0.010
氧化镨	0.000 5~0.010	氧化钇	0.000 5~0.010
氧化钆	0.000 5~0.010	氧化铈	0.000 5~0.010
氧化钇	0.000 5~0.010	氧化铈	0.000 1~0.010
氧化铈	0.000 5~0.010	氧化铈	0.000 1~0.010
氧化钐	0.000 5~0.010	氧化铈	0.000 1~0.010
氧化铽	0.000 5~0.010	氧化铈	0.000 1~0.010

2 方法提要

试样以盐酸溶解,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,以系数校正法校正共存被测稀土杂质元素间的光谱干扰,以基体匹配法校正基体对测定的影响。

3 试剂

- 3.1 过氧化氢(30%)。
- 3.2 盐酸(1+1)。
- 3.3 硝酸(1+1)。
- 3.4 氩气(>99.99%)。

国家质量技术监督局 2000-06-05 批准

2000-11-01 实施

3.5 氧化镧标准溶液:称取 12.500 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化镧(>99.999%),置于 500 mL 烧杯中,加 50 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,溶液移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 mg 氧化镧。

3.6 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(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(3.3),加 10 mL 过氧化氢(3.1),低温加热溶清后冷却至室温,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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铈的标准溶液,其酸度均为 5%的盐酸。

3.7 氧化镨标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化镨(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镨的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。

3.8 氧化钹标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化钹(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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 氧化钹。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钹的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。

3.9 氧化钐标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化钐(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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 氧化钐。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钐的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。

3.10 氧化铀标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化铀(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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 氧化铀。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铀的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。

3.11 氧化钇标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化钇(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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 氧化钇。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钇的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。

3.12 氧化铽标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化铽(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(3.3),加 10 mL 过氧化氢(3.1),低温加热溶清后冷却至室温,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 氧化铽。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铽的标准溶液,其酸度均为 5%的盐酸。

3.13 氧化镱标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化镱(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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 氧化镱。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镱的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。

3.14 氧化钪标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化钪(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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 氧化钪。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钪的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。

3.15 氧化铪标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化铪(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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 氧化铪。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铪的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。

3.16 氧化铊标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化铊(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铈的标准溶液,其酸度均为含 5% 的盐酸。

3.17 氧化镱标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃ 灼烧 1 h 的氧化镱(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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 氧化镱。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镱的标准溶液,其酸度均为含 5% 的盐酸。

3.18 氧化镨标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃ 灼烧 1 h 的氧化镨(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镨的标准溶液,其酸度均为含 5% 的盐酸。

3.19 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(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铈的标准溶液,其酸度均为含 5% 的盐酸。

4 仪器

4.1 计算机控制顺序扫描单色仪:倒数线色散率不大于 0.26 nm/mm(一级光谱)。

4.2 光源:氙等离子体光源,使用功率不小于 1.2 kW。

5 试样

将试样于 900℃ 灼烧 1 h,置于干燥器中,冷却至室温,立即称量。

6 分析步骤

6.1 分析试液的配制

称取 1.000 g 试样(5)置于 200 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),于低温溶解后冷却至室温,溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。待用。

6.2 标样溶液的配制

将氧化镧标准溶液(3.5)和各种稀土氧化物标准溶液(3.6~3.19)按表 2 分别移入 6 个 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀,制得 6 个标样溶液。待用。

表 2

标液标号	各稀土(以氧化物计)浓度, $\mu\text{g/mL}$							
	氧化镧	氧化铈	氧化镨	氧化钆	氧化钕	氧化钐	氧化铕	氧化铈
1	10 000	0	0	0	0	0	0	0
2	10 000	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
3	10 000	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
4	10 000	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
5	10 000	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
6	10 000	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00

标液标号	各稀土(以氧化物计)浓度, $\mu\text{g/mL}$						
	氧化镧	氧化铈	氧化钆	氧化铈	氧化铈	氧化铈	氧化铈
1	0	0	0	0	0	0	0
2	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
3	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
4	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
5	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
6	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00

6.3 测定

6.3.1 测定条件:

等离子体光源:入射功率 0.8 kW,反射功率小于 0.005 kW。

氩气流量:冷却气流量 13 L/min,载气流量 1.2 L/min。

观测高度:线圈上方 15 mm。

6.3.2 分析线及线性范围见表 3。

表 3

元素	分析线,nm	线性范围,%	元素	分析线,nm	线性范围,%
Ce	413.380	0.000 5~0.010	Dy	353.171	0.000 5~0.010
Pr	417.942	0.000 5~0.010	Ho	345.600	0.000 5~0.010
Nd	430.357	0.000 5~0.010	Er	337.275	0.000 5~0.010
Sm	359.260	0.000 5~0.010	Tm	313.126	0.000 1~0.010
Eu	381.966	0.000 5~0.010	Yb	328.937	0.000 1~0.010
Gd	354.937	0.000 5~0.010	Lu	261.542	0.000 1~0.010
Tb	350.917	0.000 5~0.010	Y	324.228	0.000 1~0.010

6.3.3 将分析试液(6.1)与标样溶液(6.2)同时进行氩等离子体光谱测定。

7 分析结果的计算

将标样溶液的含量直接输入计算机,根据标样溶液和分析试液的强度值,由计算机计算并输出分析结果。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许相对差。

表 4

氧化物	含量范围,%	允许相对差,%
氧化铈 氧化镨 氧化钹 氧化钆	0.000 5~0.002 0	40
氧化镧 氧化钪 氧化铈 氧化镨	>0.002 0~0.005 0	30
氧化钪 氧化铈	>0.005 0~0.010 0	20
	0.000 1~0.000 3	100
	>0.000 3~0.000 5	60
氧化铈 氧化镨 氧化镧 氧化钆	>0.000 5~0.002 0	30
	>0.002 0~0.010	20

中华人民共和国国家标准

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氧化铈中 氧化镧、氧化镨、氧化钕、氧化钐、氧化铕、 氧化钇、氧化铽、氧化镱、氧化镱、氧化铈、 氧化铈、氧化铈、氧化铈和氧化铈量

GB/T 18115.2—2000

Cerium oxide—Determination of lanthanum oxide, praseodymium oxide, neodymium oxide, samarium oxide, europium oxide, gadolinium oxide, terbium oxide, dysprosium oxide, holmium oxide, erbium oxide, thulium oxide, ytterbium oxide, lutetium oxide and yttrium oxide contents—Inductively coupled plasma atomic emission spectrographic method

1 范围

本标准规定了氧化铈中氧化镧、氧化镨、氧化钕、氧化钐、氧化铕、氧化钇、氧化铽、氧化镱、氧化镱、氧化铈、氧化铈、氧化铈、氧化铈含量的测定方法。

本标准适用于氧化铈中氧化镧、氧化镨、氧化钕、氧化钐、氧化铕、氧化钇、氧化铽、氧化镱、氧化镱、氧化铈、氧化铈、氧化铈、氧化铈含量的测定。测定范围见表1。

表1

氧化物	测定范围, %	氧化物	测定范围, %	氧化物	测定范围, %
氧化镧	0.005~0.10	氧化钇	0.005~0.10	氧化铈	0.002 5~0.050
氧化镨	0.005~0.10	氧化铈	0.005~0.10	氧化铈	0.001 0~0.020
氧化钕	0.005~0.10	氧化镱	0.005~0.10	氧化镱	0.001 0~0.020
氧化钐	0.002 5~0.050	氧化铈	0.002 5~0.050	氧化铈	0.002 5~0.050
氧化铕	0.002 5~0.050	氧化铈	0.002 5~0.050		

2 方法提要

试样以硝酸溶解,在稀硝酸介质中,直接以氩等离子体光源激发,进行光谱测定。以系数法校正被测共存元素的干扰,以基体匹配法校正基体对测定的影响。

3 试剂

3.1 过氧化氢(30%)。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 氩气(>99.99%)。

3.5 氧化铈标准溶液:称取10.000 g经900℃灼烧1 h的氧化铈(>99.995%)置于500 mL烧杯中,加入50 mL硝酸(3.2),10 mL过氧化氢(3.1),低温溶解后,取下冷却,移入200 mL容量瓶中,用水稀释

国家质量技术监督局2000-06-05批准

2000-11-01实施

至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 mg 氧化铈。

3.6 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(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.3),低温溶解,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 氧化镧。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镧的标准溶液,其酸度均为含 5%盐酸。

3.7 氧化镨标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化镨(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.3),低温溶解,取下冷却,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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镨的标准溶液,其酸度均为含 5%盐酸。

3.8 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(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.3),低温溶解,取下冷却,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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铈的标准溶液,其酸度均为含 5%盐酸。

3.9 氧化钐标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化钐(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.3),低温溶解,取下冷却,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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钐的标准溶液,其酸度均为含 5%盐酸。

3.10 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(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.3),低温溶解,取下冷却,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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铈的标准溶液,其酸度均为含 5%盐酸。

3.11 氧化钐标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化钐(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.3),低温溶解,取下冷却,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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钐的标准溶液,其酸度均为含 5%盐酸。

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(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.3),低温溶解,取下冷却,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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铈的标准溶液,其酸度均为含 5%盐酸。

3.13 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(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸,低温溶解,取下冷却,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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镧的标准溶液,其酸度均为含 5%盐酸。

3.14 氧化钐标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化钐(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.3),低温溶解,取下冷却,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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钐的标准溶液,其酸度均为含 5%盐酸。

3.15 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(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.3),低温溶解,取下冷却,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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铈的标准溶液,其酸度为含 5%盐酸。

3.16 氧化钐标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化钐(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.3),低温溶解,取下冷却,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 氧化铊。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铊的标准溶液,其酸度均为含 5% 盐酸。

3.17 氧化镱标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃ 灼烧 1 h 的氧化镱(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.3),低温溶解,取下冷却,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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镱的标准溶液,其酸度均为含 5% 盐酸。

3.18 氧化镱标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃ 灼烧 1 h 的氧化镱(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.3),低温溶解,取下冷却,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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镱的标准溶液,其酸度均为含 5% 盐酸。

3.19 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(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.3),低温溶解,取下冷却,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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铈的标准溶液,其酸度均为含 5% 盐酸。

4 仪器

4.1 计算机控制顺序扫描单色仪:倒数线色散率不大于 0.26 nm/mm(一级光谱)。

4.2 光源:氙等离子体光源。使用功率不小于 1.2 kW。

5 试样制备

将试样于 900℃ 灼烧 1 h,置于干燥其中,冷却至室温,立即称量。

6 分析步骤

6.1 分析试液的配制

称取 0.500 0 g 试样(5),于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.2),10 mL 过氧化氢(3.1),低温溶解,使之溶清,并加热赶去过量的过氧化氢,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用硝酸(1+19)定容,混匀待用。

6.2 标样溶液的配制

将氧化铈标准溶液(3.5)和各稀土氧化物标准溶液(3.6~3.19)按表 2 分别移入 6 个 200 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,摇匀。制得六个标样溶液。

表 2

标液标号	各稀土(以氧化物计)浓度, $\mu\text{g/mL}$													
	氧化铈	氧化镧	氧化铈	氧化铈	氧化铈	氧化铈	氧化铈	氧化铈	氧化铈	氧化铈	氧化铈	氧化铈	氧化铈	氧化铈
0	5 000	0						0						0
1	5 000	0.25						0.125						0.05
2	5 000	0.50						0.25						0.10
3	5 000	1.0						0.50						0.20
4	5 000	2.0						1.0						0.40
5	5 000	5.0						2.5						1.0

6.3 测定

6.3.1 测定条件:

等离子体光源:入射功率 0.8 kW;反射功率小于 0.005 kW。

氩气流量:冷却气流量 15 L/min;载气流量 1.0 L/min。

观测高度:线圈上方 15 mm

6.3.2 分析线及线性范围见表 3。

表 3

元素	分析线,nm	线性范围,%	元素	分析线,nm	线性范围,%
La	333.75	0.005~0.100	Dy	340.78	0.005~0.100
Pr	422.53	0.005~0.100	Ho	345.60	0.002 5~0.050
Nd	406.11	0.005~0.100	Er	337.28	0.002 5~0.050
Sm	359.26	0.002 5~0.050	Tm	346.22	0.002 5~0.050
Eu	381.97	0.002 5~0.050	Yb	369.42	0.001 0~0.020
Gd	310.05	0.005~0.100	Yb ¹⁾	328.94	0.001 0~0.020
Tb	332.44	0.005~0.100	Lu	261.54	0.001 0~0.020
Tb ¹⁾	367.64	0.005~0.100	Y	371.03	0.002 5~0.050
1) 作为辅助线使用					

6.3.3 将分析试液(6.1)与标样溶液(6.2)同时时行氩等离子体光谱测定。

7 分析结果的计算

将标样溶液的含量直接输入计算机,根据标样溶液和分析试液的强度值,由计算机计算并输出分析结果。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许相对差。

表 4

氧化物	含量范围,%	允许相对差,%
氧化镧	—	—
氧化铈	—	—
氧化钕	0.005 0~0.100 0	20
氧化钐	—	—
氧化铽	—	—
氧化镨	—	—
氧化钆	—	—
氧化钇	—	—
氧化钪	—	—
氧化镱	0.002 5~0.012 5	30
氧化铟	—	—
氧化铊	>0.012 5~0.050	20
氧化铪	—	—
氧化铌	—	—
氧化锆	0.001 0~0.005 0	30
氧化铀	>0.005 0~0.020	20

中华人民共和国国家标准

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氧化镨中 氧化镧、氧化铈、氧化钕、氧化钐、氧化铕、 氧化钇、氧化铽、氧化镱、氧化铊、 氧化铪、氧化锆、氧化铈和氧化钇量

GB/T 18115.3—2000

Praseodymium oxide—Determination of lanthanum oxide, cerium oxide, neodymium oxide, samarium oxide, europium oxide, gadolinium oxide, terbium oxide, dysprosium oxide, holmium oxide, erbium oxide, thulium oxide, ytterbium oxide, lutetium oxide and yttrium oxide contents—Inductively coupled plasma atomic emission spectrographic method

1 范围

本标准规定了氧化镨中氧化镧、氧化铈、氧化钕、氧化钐、氧化铕、氧化钇、氧化铽、氧化镱、氧化铊、氧化铪、氧化锆、氧化铈和氧化钇含量的测定方法。

本标准适用于氧化镨中氧化镧、氧化铈、氧化钕、氧化钐、氧化铕、氧化钇、氧化铽、氧化镱、氧化铊、氧化铪、氧化锆、氧化铈和氧化钇含量的测定。测定范围见表 1。

表 1

氧化物	测定范围, %	氧化物	测定范围, %
氧化镧	0.005~0.100	氧化铽	0.002~0.050
氧化铈	0.010~0.200	氧化铊	0.002~0.050
氧化钕	0.010~0.200	氧化铪	0.002~0.050
氧化钐	0.005~0.100	氧化锆	0.002~0.050
氧化铕	0.005~0.100	氧化铈	0.002~0.050
氧化钇	0.005~0.100	氧化钇	0.002~0.050
氧化铽	0.010~0.200	氧化钇	0.002~0.050

2 方法提要

试样以盐酸溶解,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,用系数校正法校正被测稀土元素间的光谱干扰,以基体匹配法校正基体对测定的影响。

3 试剂

3.1 过氧化氢(30%)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 氩气(>99.99%)。

国家质量技术监督局 2000-06-05 批准

2000-11-01 实施

3.5 氧化镨标准溶液:称取 12.500 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化镨(>99.999%),置于 500 mL 烧杯中,加 50 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,溶液移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 mg 氧化镨。

3.6 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(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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 氧化镧。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镧的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。

3.7 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(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(3.3),加 10 mL 过氧化氢(3.1),低温加热溶清后冷却至室温,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。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铈的标准溶液,其酸度均为 5%的盐酸。

3.8 氧化钹标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化钹(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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 氧化钹。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钹的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。

3.9 氧化钆标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化钆(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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 氧化钆。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钆的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。

3.10 氧化铀标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化铀(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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 氧化铀。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铀的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。

3.11 氧化钪标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化钪(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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 氧化钪。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钪的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。

3.12 氧化铽标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化铽(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(3.3),加 10 mL 过氧化氢(3.1),低温加热溶清后冷却至室温,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 氧化铽。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铽的标准溶液,其酸度均为 5%的盐酸。

3.13 氧化镱标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化镱(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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 氧化镱。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化镱的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。

3.14 氧化钬标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化钬(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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 氧化钬。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化钬的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。

3.15 氧化铒标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化铒(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,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 氧化铒。再将此溶液稀释成 1 mL 含 100 μg 和 1 mL 含 10 μg 氧化铒的标准溶液,其酸度均为含 5%的盐酸。

3.16 氧化铊标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化铊(>99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.2),低温加热溶清后冷却至室温,溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,