



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 18115.4—2021

代替 GB/T 18115.4—2006

## 稀土金属及其氧化物中稀土杂质 化学分析方法 第4部分： 钕中镧、铈、镨、钐、铈、钆、铽、镱、 铟、铪、铥、镱、镱和钇量的测定

Chemical analysis methods of rare earth impurities in rare earth metals and their oxides—Part 4: Determination of lanthanum, cerium, praseodymium, samarium, europium, gadolinium, terbium, dysprosium, holmium, erbium, thulium, ytterbium, lutetium and yttrium contents in neodymium metal and oxide

2021-10-11 发布

2022-05-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

## 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 18115《稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法》的第 4 部分。GB/T 18115 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：镧中铈、镨、钕、钐、铈、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐和钐量的测定；
- 第 2 部分：铈中镧、镨、钕、钐、铈、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐和钐量的测定；
- 第 3 部分：镨中镧、铈、钕、钐、铈、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐和钐量的测定；
- 第 4 部分：钕中镧、铈、镨、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐和钐量的测定；
- 第 5 部分：钐中镧、铈、镨、钕、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐和钐量的测定；
- 第 6 部分：钐中镧、铈、镨、钕、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐和钐量的测定；
- 第 7 部分：钐中镧、铈、镨、钕、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐和钐量的测定；
- 第 8 部分：钐中镧、铈、镨、钕、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐和钐量的测定；
- 第 9 部分：钐中镧、铈、镨、钕、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐和钐量的测定；
- 第 10 部分：钐中镧、铈、镨、钕、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐和钐量的测定；
- 第 11 部分：钐中镧、铈、镨、钕、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐和钐量的测定；
- 第 12 部分：钐中镧、铈、镨、钕、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐和钐量的测定；
- 第 13 部分：钐中镧、铈、镨、钕、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐和钐量的测定；
- 第 14 部分：钐中镧、铈、镨、钕、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐和钐量的测定；
- 第 15 部分：钐中镧、铈、镨、钕、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐和钐量的测定。

本文件代替 GB/T 18115.4—2006《稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法 钕中镧、铈、镨、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐、钐和钐量的测定》，与 GB/T 18115.4—2006 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES,方法 1)部分稀土氧化物的测定范围,氧化镨的测定范围由“0.008 0%~0.200%”更改为“0.010 0%~0.600%”;氧化钐的测定范围由“0.005 0%~0.100%”更改为“0.000 5%~0.100%”(见表 1,2006 年版的表 1);
- b) 更改了电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS,方法 2)的测定范围,氧化镧、氧化铈、氧化钐测定范围由“0.000 1%~0.050%”更改为“0.000 02%~0.020%”;氧化镨、氧化钐、氧化钐、氧化钐、氧化钐、氧化钐、氧化钐测定范围由“0.000 1%~0.050%”更改为“0.000 01%~0.020%”;氧化钐、氧化钐、氧化钐测定范围由“0.000 1%~0.050%”更改为“0.000 05%~0.020%”(见表 2,2006 年版的表 7);
- c) 增加了“规范性引用文件”“术语和定义”两章(见第 2 章、第 3 章);
- d) 增加了对分析中试剂和用水的说明(见 4.2、5.2);
- e) 更改了方法 1 和方法 2 试样的预处理条件,由“900 ℃灼烧 1 h”更改为“105 ℃烘 1 h”(见 4.4.1、5.4.1,2006 年版的 5.1、14.1);
- f) 更改了方法 1 试样的称取量,其中氧化物试料由 0.200 g 更改为 0.500 g(见 4.5.1.1,2006 年版的 6.1.1),金属试料由 0.174 g 更改为 0.429 g(见 4.5.1.2,2006 年版的 6.1.2);
- g) 增加了方法 1 中的空白试验及空白试验的系列标准溶液的配制(见 4.5.3、4.5.4.2);
- h) 更改了方法 1 的参考谱线,钐(Er)的谱线由 346.220 nm 更改为 291.036 nm、337.271 nm(见

表 3,2006 年版的表 3);

- i) 更改了精密度的部分表述,将允许差更改为再现性(见 4.8.2、5.8.2,2006 年版的 8.2、17.2);
- j) 更改了方法 1 和方法 2 的仪器要求(见 4.3、5.3,2006 年版的 4.1、4.2、13.1);
- k) 增加了方法 2 测定所需试剂,包括氯化铈、盐酸(2.4%)、盐酸(0.331mol/L)、铈内标溶液、铈和铈混合内标溶液(见 5.2.3、5.2.10、5.2.12、5.2.34、5.2.35);
- l) 更改了方法 2 分析中的内标元素(见 5.5.4、5.5.5.2、5.5.5.3.2,2006 年版的 15.4.2、15.4.3.3、15.5);
- m) 更改了方法 2 盐酸淋洗液浓度,将 0.020mol/L 更改为 0.0050mol/L(见 5.2.13,2006 年版的 12.10);
- n) 更改了方法 2 的试样的稀土杂质含量与试样量分析称取(见表 11,2006 年版的表 8);
- o) 更改了方法 2 的洗脱液管路流速,将“(1.5±0.1)mL/min”更改为“(1.0±0.1)mL/min”;更改了淋洗时间,将 20 min 更改为 30 min;更改了收集分离液的体积,将“10 mL 比色管”更改为“10 mL 或 50 mL 比色管”(见 5.5.5.3.1、5.5.5.3.2,2006 年版的 15.4.3.1、15.4.3.2);
- p) 增加了方法 2 的内标加入方式的备注说明(见 5.5.4、5.5.5.2、5.5.5.3.2、5.5.5.4.2、5.6.2);
- q) 增加了方法 2 测定中的 TODGA 负载基体分离后测定分析试液的制备(见 5.5.5.4);
- r) 删除了质量保证和控制(见 2006 年版的第 9 章、第 18 章);
- s) 增加了方法 3 电感耦合等离子体串联质谱法(ICP-MS-MS,方法 3)(见第 1 章、第 6 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:江西理工大学、中色南方稀土(新丰)有限公司、包头稀土研究院、国家钨与稀土产品质量监督检验中心、中国科学院海西研究院厦门稀土材料研究所、虔东稀土集团股份有限公司、江苏金石稀土有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、包头华美稀土高科有限公司、中国工程物理研究院化工材料研究所、内蒙古自治区稀土产品质量监督检验研究院、湖南稀土金属材料研究院、赣州有色冶金研究院、江阴加华新材料资源有限公司、乐山有研稀土新材料有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司。

本文件主要起草人:吴伟明、宋伟新、高励珍、刘和连、张秀艳、陈读青、于亚辉、李建亭、黄智敏、梁志杰、赵静、王振江、徐娜、宋立军、温斌、刘志勇、鲍叶琳、曹俊杰、王玲、袁晓红、江媛、吴英、张鑫、李淑萍、张衍、刘燕霞、刘荣丽、杨峰、倪菊华、肖银、张征莲、王宝华、杨相庚、张其凯、姚南红、张玉龙、蔡华强、高亚利、王贵超、黄霞、王金凤、高亮、何亭、解一鸣。

本文件于 2000 年首次发布,2006 年第一次修订,本次为第二次修订。

## 引 言

在稀土产品化学成分分析领域,我国已经建立了针对稀土总量、非稀土杂质、稀土杂质等检测的较为全面的标准体系。本系列标准 GB/T 18115《稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法》以原标准 GB/T 18115.1~.10—2000 和 GB/T 12690.1~.11—1990 为基础,合并了其他相关标准后形成了对(除钪、钷外)15种稀土金属及其氧化物中稀土杂质的综合分析方法。该系列标准涵盖了15种稀土元素基体,每个元素基体对14种稀土杂质,分别采用电感耦合等离子光谱法(ICP-OES)、电感耦合等离子质谱法(ICP-MS)进行测定。由于稀土本身的特性,稀土基体和相邻元素的干扰、高纯稀土中痕量稀土杂质元素的分析一直是分析化学领域比较棘手的问题。该系列标准通过一系列的科学试验,在大量试验、验证的基础上,优选了最佳的分离技术,探索最佳的测试手段。尤其在本次修订中增加了电感耦合等离子体串联质谱法(ICP-MS-MS),解决了高纯稀土中痕量稀土杂质元素的分析的难题,满足新材料和装备的生产制造的需要,增强了标准的适用性。

# 稀土金属及其氧化物中稀土杂质 化学分析方法 第4部分： 钕中镧、铈、镨、钐、铈、钆、钇、铽、镱、 镱、铟、铪、铋、铌和钽量的测定

## 1 范围

本文件规定了钕中镧、铈、镨、钐、铈、钆、钇、铽、镱、铟、铪、铋、铌和钽量的测定方法。

本文件适用于金属钕中镧、铈、镨、钐、铈、钆、钇、铽、镱、铟、铪、铋、铌和钽量的测定。

本文件也适用于氧化钕中氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钐、氧化铈、氧化钆、氧化钇、氧化铽、氧化镱、氧化铟、氧化铪、氧化铋、氧化铌和氧化钽含量的测定。

本文件共包含3个方法：电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES,方法1)，电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS,方法2)，电感耦合等离子体串联质谱法(ICP-MS-MS,方法3)。方法1的测定范围见表1，方法2、方法3的测定范围见表2。

当三个方法的分析范围出现重叠时，首选方法2作为仲裁方法。

表1 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES,方法1)测定范围

测定元素	质量分数 %	测定元素	质量分数 %
氧化镧	0.002 0~0.100	氧化铽	0.001 0~0.100
氧化铈	0.003 0~0.100	氧化钽	0.003 0~0.100
氧化镨	0.010 0~0.600	氧化铟	0.000 5~0.100
氧化钐	0.003 0~0.100	氧化铪	0.001 0~0.100
氧化铈	0.000 5~0.100	氧化铋	0.000 5~0.100
氧化钆	0.001 0~0.100	氧化铌	0.000 5~0.100
氧化钇	0.001 0~0.100	氧化钽	0.001 0~0.100

注：稀土金属中稀土杂质的含量范围的质量分数与稀土氧化物中稀土氧化物杂质的含量范围的质量分数相同，稀土金属中稀土杂质以元素计。

表2 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS,方法2)、  
电感耦合等离子体串联质谱法(ICP-MS-MS,方法3)测定范围

测定元素	质量分数 %	测定元素	质量分数 %
氧化镧	0.000 02~0.020	氧化铽	0.000 05~0.020
氧化铈	0.000 02~0.020	氧化钽	0.000 05~0.020
氧化镨	0.000 01~0.020	氧化铟	0.000 01~0.020
氧化钐	0.000 01~0.020	氧化铪	0.000 01~0.020
氧化铈	0.000 01~0.020	氧化铋	0.000 01~0.020
氧化钆	0.000 02~0.020	氧化铌	0.000 01~0.020
氧化钇	0.000 05~0.020	氧化钽	0.000 01~0.020

注：稀土金属中稀土杂质的含量范围的质量分数与稀土氧化物中稀土氧化物杂质的含量范围的质量分数相同，稀土金属中稀土杂质以元素计。