

ICP-OES 法测定稀土精矿中 15 种稀土元素含量及氧化物配分量

ICP-206

摘要: 参考国家标准 GB/T 18114.8-2025《稀土精矿化学分析方法 第 8 部分: 稀土氧化物含量和配分含量的测定》, 使用岛津公司 ICPE-9820 全谱直读型电感耦合等离子体发射光谱仪, 同时测定稀土氧化物样品中 La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、Y 共 15 种稀土元素的含量及配分量, 并通过加标回收率实验对方法进行验证。实验结果表明: 该方法操作简单、定量准确、线性范围宽, 可同时测定主量与微量稀土元素, 满足稀土氧化物的质量检测及配分分析要求。

关键词: 稀土氧化物 ICP-OES 稀土元素 含量 配分量

技术特点:

- ❖ 方法使用轴向 / 径向双向观测模式, 在同一次进样过程中实现主量元素和微量元素同时检测。
- ❖ 使用 Mini 炬管, 在总氦气消耗量为 11.3L/min 的低消耗条件下完成样品稳定分析, 成本低。

稀土氧化物是稀土工业的重要中间产品, 其稀土元素组成与配分直接决定产品用途与价值。随着稀土新材料产业快速发展, 对稀土氧化物中多元素快速、同时、高精度分析的需求日益增加。

GB/T 18114.8-2025 作为现行有效国家标准, 规定了电感耦合等离子体发射光谱法测定稀土精矿及稀土氧化物中 15 种稀土元素含量, 方法成熟、适用范围广。

围广。

ICP-OES 具有灵敏度高、检出限低、线性范围宽、多元素同时测定等优势, 非常适合稀土氧化物中高低含量稀土元素同步分析。本文参考 GB/T 18114.8-2025, 采用岛津 ICPE-9820 全谱直读 ICP-OES, 建立稀土氧化物中 15 种稀土元素含量及配分量的测定方法。

实验部分

1.1 仪器及设备

岛津 ICPE-9820 全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪, 电热板, 电子天平 (0.1 mg), 超纯水机。

1.2 仪器参数

ICPE-9820 仪器分析条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	10.0 L/min
辅助气流速	0.60 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器类型	同轴雾化器
雾化室	旋流雾室	高频频率	27.12 MHz

1.3 样品前处理

准确称取 0.20 g 样品（精确到 0.0001 g），置于 50 mL 烧杯中，加 5 mL 浓盐酸，10 mL 高氯酸，于电热板上加热至高氯酸烟冒尽，冒烟期间不时摇动，取下冷却至室温。加入 10 mL 盐酸（1+1），2 mL 过氧化氢，加热溶解至清亮。取下冷却至室温。将试液转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移取 5 mL 试液于 50 mL 容量瓶中，用盐酸（1+19）稀释至刻度，混匀待测。

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

使用 5% HCl 配制 15 种稀土混合标准系列，浓度见表 2。

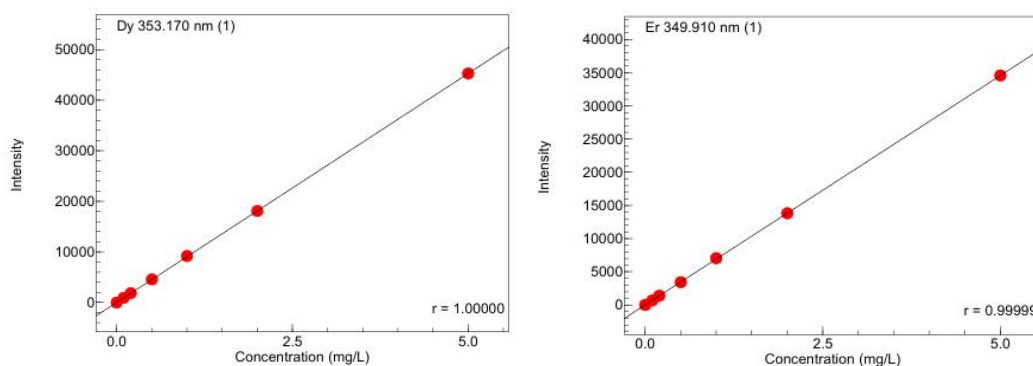
表 2 标准溶液浓度及分析质量数

元素	标准曲线浓度 (mg/L)					
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er Tm、Yb、Lu、Y	0.00	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00
La	0.00	2.00	10.0	20.0	30.0	50.0
*Ce	0.00	2.00	10.0	20.0	30.0	60.0
*Pr	0.00	0.20	1.00	2.00	5.00	10.0
Nd	0.00	0.20	1.00	2.00	5.00	20.0

注：* 表示使用径向观测模式测定，其余为轴向观测模式；

2.2 元素标准曲线

根据元素特性设定测定参数后即可开始测试校准样品和待测样品。部分元素校准曲线图如下，各元素线性相关系数 r 均大于 0.9997，线性良好。



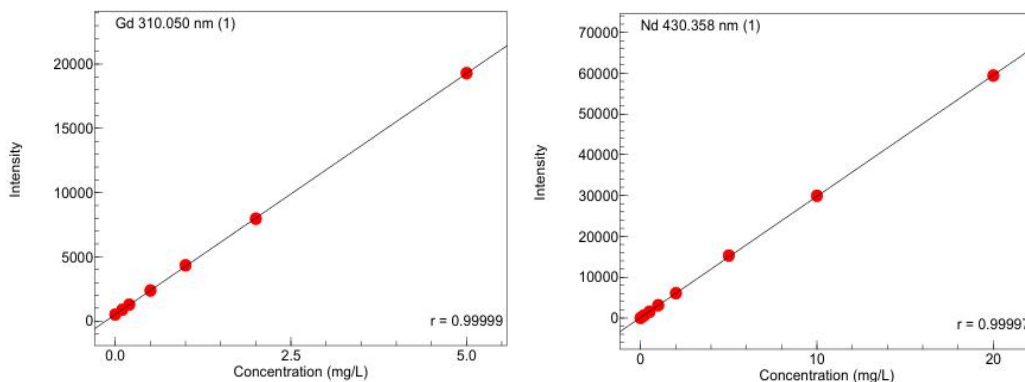


图 1 部分元素校准曲线图

2.3 标准样品分析结果

使用 ICPE-9820 测定稀土精矿标准物质 GSB 04-3311-2016 中 15 种稀土氧化物含量结果，参考 GB/T 18114.8-2025 标准的数据处理方法计算各稀土元素氧化物配分量，并进行重复性、再现性考察，结果见下表。

表 3 稀土精矿标准物质 GSB 04-3311-2016 分析结果

氧化物	稀土元素氧化物配分量 (%) 测试结果				重复性限 (%)	标准值 (%)	再现性绝对差值	再现性限 (%)
	1#	重复性绝对值差	2#	重复性绝对值差				
CeO ₂	51.49	0.44	51.56	0.17	0.74	51.85±0.45	0.17	0.81
Dy ₂ O ₃	N.D.	--	N.D.	--	--	--	--	--
Er ₂ O ₃	N.D.	--	N.D.	--	--	--	--	--
Eu ₂ O ₃	0.23	0.005	0.23	0.003	0.02	0.22±0.05	0.01	0.03
Gd ₂ O ₃	0.42	0.013	0.43	0.006	0.04	0.4±0.05	0.01	0.04
Ho ₂ O ₃	N.D.	--	N.D.	--	--	--	--	--
La ₂ O ₃	26.05	0.40	26.09	0.09	0.57	26.3±0.31	0.04	0.73
Lu ₂ O ₃	N.D.	--	N.D.	--	--	--	--	--
Nd ₂ O ₃	15.19	0.36	15.19	0.13	0.41	15.29±0.23	0.01	0.48
Pr ₆ O ₁₁	5.24	0.03	5.11	0.04	0.20	5.13±0.23	0.13	0.26
Sm ₂ O ₃	1.12	0.03	1.14	0.03	0.05	1.15±0.05	0.02	0.08
Tb ₄ O ₇	N.D.	--	N.D.	--	--	--	--	--
Tm ₂ O ₃	N.D.	--	N.D.	--	--	--	--	--
Y ₂ O ₃	0.26	0.005	0.26	0.007	0.02	0.25±0.07	0.001	0.03
Yb ₂ O ₃	N.D.	--	N.D.	--	--	--	--	--

注：N.D. 表示未检出

2.4 实际样品分析结果

使用同样的前处理方法对实际样品进行消解后上机测定 15 种稀土元素含量，参考测定结果对不同浓度元素进行不同浓度水平的加标回收试验，结果见表 4。加标回收率在 92.5 ~100.8% 之间，回收率良好。

表 5 实际样品测定结果及加标回收率

元素	波长 (nm)	测定结果 (mg/L)	加标浓度 1 (mg/L)	回收率 (%)	加标浓度 2 (mg/L)	回收率 (%)
Ce	413.380	3.82	2.00	92.5	4.00	95.8
Dy	353.170	N.D.	0.20	97.9	0.40	97.7
Er	326.478	N.D.	0.20	96	0.40	96
Eu	381.967	0.01	0.20	96.9	0.40	94.5
Gd	310.050	0.02	0.20	96.6	0.40	96.1
Ho	345.600	N.D.	0.20	96	0.40	96.5
La	398.852	2.83	2.00	99	4.00	99.5
Lu	261.542	N.D.	0.20	92.5	0.40	94.3
Nd	430.258	0.92	0.40	100.8	2.00	98.2
Pr	410.070	0.33	0.20	98	0.40	97.3
Sm	359.260	0.05	0.20	97.4	0.40	96.4
Tb	332.440	N.D.	0.20	98.5	0.40	96.5
Tm	313.126	N.D.	0.20	96.5	0.40	96
Y	242.220	0.02	0.20	97.8	0.40	95.9
Yb	269.419	N.D.	0.20	96	0.40	94.3

注：N.D. 表示未检出

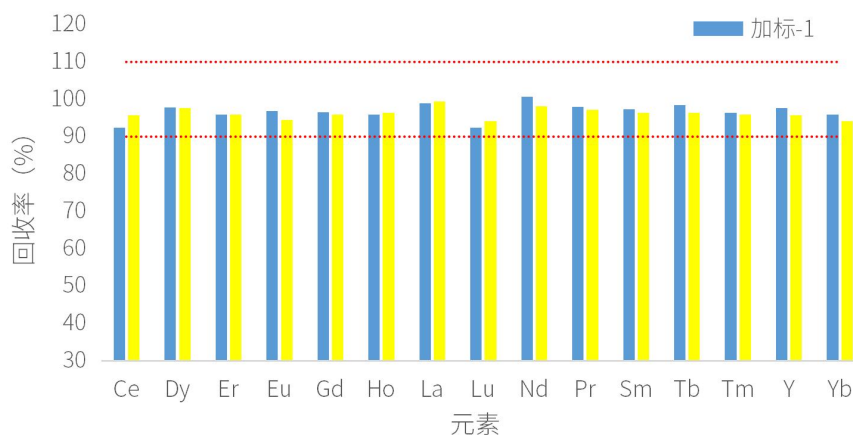


图 2 实际样品加标回收率

结论

本文参考 GB/T 18114.8-2025，采用岛津 ICPE-9820 建立了稀土精矿中 15 种稀土元素含量及其氧化物配分量的 ICP-OES 测定方法。该方法前处理简便、速度快、检出限低、抗干扰能力强，回收率 92.5% ~ 100.8%，可同时准确测定主量与微量稀土元素，适用于稀土精矿产品质量检测、配分分析及过程控制。

岛津应用云

