

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

201×-××-××实施

201×-××-××发布

稀土金属及其化合物化学分析方法

稀土总量的测定

**Rare Earth Metals and Their compounds**

**—Determination of total rare earth contents**

征求意见稿

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

H14

代替GB/T 14635-2008

GB/T 14635—201X

G

前言

本标准是对GB/T14635—2008《稀土金属及其化合物化学分析方法 稀土总量的测定》的修订。与上版标准相比较，主要变化如下：

——方法1和方法2中稀土种类增加硫化稀土，样品前处理为105℃烘干，并增加了试料的溶解方法；

——方法1和方法2中氢氧化稀土测定下限由原来的55.0%调整为25.0%；

——方法1范围部分调整了不适用范围为“以铥、镱、镥为主体的单一和混合稀土金属及其化合物稀土总量的测定”；

——方法1和方法2中氧化稀土前处理由原来的采用950℃灼烧方式改为105℃烘干的方式；

——方法1中离子型稀土矿的碳酸稀土前处理由原来的950℃高温灼烧方式改为采用直接称取大样的方式，并对称样量进行了调整；

——方法1和方法2中氢氧化稀土、氟化稀土前处理由原来的采用105℃烘干后称量改为直接称取样品；

——方法1中删除了离子型稀土矿的碳酸稀土试料中稀土总量的计算公式；

——方法2中范围部分调整了适用范围为“以重稀土铥、镱、镥为主题的混合稀土金属及其化合物”；

——方法2中试剂部分EDTA标准滴定液的浓度调整为0.01mol/L，称样量调整为7.5g；

——方法2中滴定部分移取试液的体积补充增加中重稀土移取20.00mL试液；

——调整了方法2各类稀土及其化合物中稀土总量的计算公式。

两个方法的测定范围出现重叠时，以方法（1）作为仲裁方法。

本标准由国家发展和改革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。

本标准由国标（北京）检验认证有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本标准方法1由国标（北京）检验认证有限公司、赣州有色冶金研究所起草。

本标准方法1由江阴加华新材料资源有限公司、赣州虔东稀土集团股份有限公司、江西南方稀土高技术股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、江苏金石稀土有限公司、赣县红金稀土有限公司参加起草。

本标准方法1主要起草人：

本标准方法2由国标（北京）检验认证有限公司起草、赣州有色冶金研究所起草。

本标准方法2由包头稀土研究院、赣州晨光稀土新材料股份有限公司、江西南方稀土高技术股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、江苏金石稀土有限公司、定南大华新材料资源有限公司、江阴加华新材料资源有限公司参加起草。

本标准方法2主要起草人：

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 8762.1-1988、GB/T 12687.1—1990、GB/T 14635.1－1993、GB/T 14635.2－1993、GB/T 14635.3－1993、GB/T 16484.19—1996、GB/T 18882.1—2002、GB/T 14635－2008。

**稀土金属及其化合物化学分析方法**

**稀土总量的测定**

**方法1草酸盐重量法**

1. **范围**

本方法规定了单一和混合稀土金属及其化合物中稀土金属总量的测定方法。

本方法适用于单一和混合稀土金属及其化合物中稀土金属总量的测定，测定范围见表1。

表1

|  |  |
| --- | --- |
| 试样 | 测定范围，% |
| 稀土金属 | 95.0～99.5 |
| 氧化稀土 | 95.0～99.8 |
| 氢氧化稀土 | 25.0～90.0 |
| 氟化稀土 | 65.0～90.0 |
| 氯化稀土 | 40.0～70.0 |
| 碳酸稀土 | 10.0～70.0 |
| 硝酸稀土 | 30.0～60.0 |
| 硫化稀土 | 55.0～90.0 |
| 离子型稀土矿混合稀土氧化物 | 80.0～99.0 |

本方法不适用于以铥、镱、镥为主体或钍、铅含量各大于0.1％的单一和混合稀土金属及其化合物中稀土金属总量的测定。

1. **方法原理**

试样经酸分解后，氨水沉淀稀土，以分离钙、镁等。以盐酸溶解稀土，在pH1.8～2的条件下用草酸沉淀稀土，以分离铁等。于950℃将草酸稀土灼烧成氧化物，称其质量，计算稀土总量。

1. **试剂和材料**

3.1 高氯酸（ρ1.67g/mL）。

3.2 过氧化氢（30％）。

3.3 盐酸（1+1）。

3.4 硝酸（1+1）。

3.5 氨水（1+1）。

3.6 草酸溶液（50 g/L）。

3.7 氯化铵-氨水洗液：100mL水中含2g氯化铵和2mL氨水。

3.8 草酸洗液（2 g/L）。

3.9盐酸洗液：100mL水中含2mLHCl(3.3)。

3.10 精密pH试纸（0.5～5.0）。

3.11 甲酚红溶液（2g/L），50%乙醇溶液。

1. **仪器设备**

4.1 分析天平感量0.1mg。

4.2 高温炉温度>950℃。

4.3 干燥箱。

4.4 铂坩锅。

1. **试样**

5.1金属试样应去掉表面氧化层，取样后立即称样。

5.2氧化稀土、硫化稀土、离子型稀土矿混合稀土氧化物需预先在烘箱中105℃烘干，于干燥器中冷却至室温，称量（应在48小时内进行）。

5.3氢氧化稀土、氟化稀土、氯化稀土、硝酸稀土、碳酸稀土直接称取样品。

1. **分析步骤**

6.1 试料

按表2称取试样，精确至0.0001g。

表2

|  |  |
| --- | --- |
| 试样 | 试料，g |
| 氧化稀土、离子型稀土矿混合稀土氧化物 | 0.20～0.25 |
| 氟化稀土、硫化稀土 | 0.40 |
| 稀土金属、氢氧化稀土 | 1.00 |
| 氯化稀土、硝酸稀土、碳酸稀土 | 10.00 |

6.2 测定数量

称取两份试料进行平行测定，取其平均值。

6.3 测定

6.3.1 试料的溶解

6.3.1.1 稀土金属试料的溶解：将试料（6.1）置于300mL烧杯中，加入20mL水，10mL盐酸（3.3），低温加热至溶解完全，蒸发至1mL左右。加入20mL水，加热使盐类溶解至清。过滤，滤液接收于100mL容量瓶中，用盐酸洗液（3.9）洗涤烧杯和滤纸5～6次，弃去滤纸。用水稀释滤液至刻度，混匀。移取20mL试液于300mL烧杯中。

6.3.1.2 氧化稀土试料的溶解：将试料（6.1）置于300mL烧杯中，加入20mL水，5mL盐酸（3.3）（溶解含铈量高的试料应用硝酸（3.4）溶解）及1mL过氧化氢（3.2），低温加热至溶解完全，蒸发至1mL左右。加入20mL水，加热使盐类溶解至清。过滤，滤液接收于300mL烧杯中，用盐酸洗液（3.9）洗涤烧杯和滤纸5～6次，弃去滤纸。

6.3.1.3 氢氧化稀土试料的溶解：将试料（6.1）置于300mL烧杯中，加入20mL水，10mL盐酸（3.3）（溶解含铈量高的试料应用硝酸（3.4）溶解）及1mL过氧化氢（3.2），低温加热至溶解完全，蒸发至1mL左右。加入20mL水，加热使盐类溶解至清。过滤，滤液接收于100mL容量瓶中，用盐酸洗液（3.9）洗涤烧杯和滤纸5～6次，弃去滤纸。用水稀释滤液至刻度，混匀。移取50mL试液于300mL烧杯中。

6.3.1.4 氟化稀土试料的分解：将试料（6.1）置于200mL烧杯中，加10mL硝酸（3.4）、1mL过氧化氢（3.2）及3mL高氯酸（3.1），低温加热至冒高氯酸烟。稍冷，用水洗器壁。加2 mL高氯酸（3.1），低温加热至冒高氯酸烟，待试料溶解完全（若溶解不完全，再重复一次），蒸发至1mL左右。加20mL水，加热使盐类溶解至清。过滤，滤液接收于300mL烧杯中，用盐酸洗液（3.9）洗涤烧杯和滤纸5~6次，弃去滤纸。

6.3.1.5 离子型稀土矿混合稀土氧化物、离子型稀土矿碳酸稀土的分解：将试料（6.1）置于300mL烧杯中，加5mL水、4 mL盐酸（3.3）、1 mL过氧化氢（3.2）、3 mL高氯酸（3.1）（含铈高的稀土样品应加入10 mL硝酸（3.4），1 mL过氧化氢（3.2）,分解后再加入3 mL高氯酸（3.1），加热至溶解完全。继续加热至冒高氯酸白烟，并蒸至1 mL左右。取下，稍冷后，加入20 mL盐酸（3.3），用热水洗器壁，加10 mL水，加热使盐类溶解至清。用定量慢速滤纸过滤，滤液接收于300 mL烧杯中，用盐酸洗液（3.9）洗净烧杯和滤纸5～6次，再用热水洗2次，弃去滤纸。

6.3.1.6氯化稀土、硝酸稀土试料、碳酸稀土（除离子型稀土矿碳酸稀土外）的分解：将试料（6.1）置于300mL烧杯中，加入20mL水，20mL盐酸（3.3）及1mL过氧化氢（3.2），低温加热至溶解完全，蒸发至5mL左右（溶解难溶试料时，应用硝酸（3.4）和高氯酸（3.1）溶解）。加入50mL水，加热使盐类溶解至清。过滤，滤液接收于200mL容量瓶中，用盐酸洗液（3.9）洗涤烧杯和滤纸5~6次，弃去滤纸。用水稀释滤液至刻度，混匀。移取10mL试液于300mL烧杯中。

6.3.1.7硫化稀土试料的溶解：将试料（6.1）置于300mL烧杯中，加入20mL水，10mL盐酸（3.3），低温加热至5mL左右，取下冷却，加入5mL高氯酸（3.1），冒烟至体积约1至2mL，加入5mL硝酸（3.4），滴加过氧化氢（3.2）至样品溶解清亮。取下冷却，慢速滤纸过滤，滤液接收于300mL烧杯中，用盐酸洗液（3.9）洗涤烧杯和滤纸5～6次，弃去滤纸。

6.3.2 沉淀分离

6.3.2.1 将试液（6.3.1）以水稀释至约100mL，加热至近沸，滴加氨水（3.5）至刚出现沉淀，加0.1mL过氧化氢（3.2），30mL氨水（3.5），煮沸。用中速定量滤纸过滤。用氯化铵-氨水洗液（3.7）洗涤烧杯2～3次，沉淀6～7次，弃去滤液。

6.3.2.2 将沉淀和滤纸放于原烧杯中，加10mL盐酸（3.3），捣碎滤纸。加入100mL水，煮沸。加入近沸的 50mL草酸溶液（3.6），用氨水（3.5）、HCl（3.3）和精密pH试纸（3.10）调节pH为2.0；或加4～6滴甲酚红溶液（3.11），用氨水（3.5）调至溶液呈桔黄色（pH1.8～2.0）。加热煮沸，或于80℃～90℃保温40min，冷却至室温，放置2h或2h以上（对于钬、铒为主体的稀土金属及其化合物，放置4h或4h以上）。

6.3.2.3 用慢速定量滤纸过滤于500mL烧杯中，用草酸洗液（3.8）洗涤烧杯2～3次，用小块滤纸擦净烧杯，将沉淀全部转移至滤纸上，洗涤沉淀8～10次。将沉淀连同滤纸放入于950℃灼烧至质量恒定的铂坩埚中，低温加热，将沉淀和滤纸灰化。

6.3.2.4 将铂坩锅和沉淀于950℃高温炉中灼烧1h。将铂坩锅及烧成的氧化稀土置于干燥器中，冷却至室温，称其质量。

6.3.2.5重复6.3.2.4操作，直至坩锅连同烧成物的质量恒定。

1. **分析结果的计算**

7.1稀土化合物试料中氧化稀土总量的计算与表述

按公式（1）计算氧化稀土总量（REO），以质量分数表示，单位为百分数（％）：

……………………………（1）

式中：*m*1—铂坩埚及烧成物的质量，单位为克（g）；

*m*2—铂坩埚的质量，单位为克（g）；

*m*0—试料的质量，单位为克（g）；

—分取试液体积，单位为毫升（mL）；

—原试液总体积，单位为毫升（mL）。

7.2 稀土金属试料中稀土金属总量的计算与表述

按公式（2）由氧化稀土总量（REO）计算稀土金属总量（RE），以质量分数表示，单位为百分数（％）：

………………………………（3）

式中：—各稀土氧化物在试料所含相应的混合氧化稀土总量中所占的质量分数，单位为百分数（%）；

—各稀土元素单质与其氧化物的换算系数，见表3。

表3

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | *k* | 元素 | *k* |
| La  Ce  Pr  Nd  Sm  Eu  Gd  Tb | 0.8526  0.8140  0.8277  0.8573  0.8624  0.8636  0.8676  0.8502 | Dy  Ho  E r  Tm  Yb  Lu  Y | 0.8713  0.8730  0.8745  0.8756  0.8782  0.8794  0.7874 |

1. **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

|  |  |
| --- | --- |
| 稀土总量，% | 重复性限，r |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |

8.2 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表5所列的允许差：

表5

|  |  |
| --- | --- |
| 稀土总量，% | 允许差，% |
| 10.00～30.00 |  |
| >30.00～60.00 |  |
| >60.00～90.00 |  |
| >90.00～99.8 |  |

**方法2 EDTA 滴定法**

1. **范围**

本方法规定了单一稀土金属和以重稀土铥、镱、镥为主体的混合稀土金属及其化合物中稀土总量的测定方法。

本方法适用于单一稀土金属和以重稀土铥、镱、镥为主体的混合稀土金属及其化合物中稀土总量的测定，测定范围见表6。

表6

|  |  |
| --- | --- |
| 试样 | 测定范围，% |
| 稀土金属、稀土氧化物 | 98.0～99.5 |
| 氯化稀土 | 40.0～60.0 |
| 氟化稀土 | 65.0～90.0 |
| 氢氧化稀土 | 25.0～90.0 |
| 硫化稀土 | 55.0～90.0 |

本标准不适用于单一稀土相对纯度小于99.5%，其他杂质元素含量大于0.5%的单一稀土金属及其化合物中稀土总量的测定；不适用于钍、钪、锌的总量大于0.5%的物料中稀土总量的测定。

1. **方法原理**

试料用酸溶解，采用磺基水杨酸掩蔽铁等离子，在pH5.5条件下，以二甲酚橙为指示剂，用EDTA标准溶液滴定稀土。

1. **试剂**

11.1高氯酸（ρ1.67 g/mL）。

11.2 抗坏血酸。

11.3 硝酸（1+1）。

11.4 盐酸（1+1）。

11.5 过氧化氢（30%）。

11.6 氨水（1+1）。

11.7 磺基水杨酸（100g/L）。

11.8 二甲酚橙（2 g/L）。

11.9 甲基橙（2 g/L）。

11.10 六次甲基四胺缓冲溶液（pH5.5）：称取200g六次甲基四胺于500mL烧杯中，加200 mL水溶解，加70 ml盐酸（11.4），用水稀释至1L 。

11.11 锌标准溶液（1g/L）：称取0.2000g纯锌（锌质量分数大于99.99%）于150mL烧杯中，加10mL水，10mL盐酸（11.4），低温加热至完全溶解。冷却后移入200ml容量瓶中，加5mL盐酸（11.4），以水稀释至刻度，混匀。

11.12 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液（c≈0.01mol/L）：

11.12.1 配制：称取约7.5g乙二胺四乙酸二钠于250mL烧杯中，以少量水溶解，用水定溶于2L容量瓶中，混匀。

11.12.2 标定：移取25.00mL锌标准溶液(11.11)于250mL三角瓶中，加50 mL水，1滴甲基橙指示剂（11.9），用氨水（11.6）和盐酸（11.4）调节溶液刚变为黄色，加5mL六次甲基四胺缓冲溶液(11.10)，2滴二甲酚橙（11.8），用EDTA标准滴定溶液（11.12）滴定至溶液由红色刚变为黄色为终点。平行标定3份，所消耗的EDTA标准滴定溶液（11.12）体积的极差值不应超过0.10ml，取其平均值。

按公式（4）计算EDTA标准滴定溶液的实际浓度：

 ………………………………（1）

式中：*c*—EDTA标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*c0*—锌标准溶液的浓度，单位为克每升（g/L）；

*V1*—分取锌标准溶液的毫升数，单位为毫升（mL）；

*V2*—滴定锌消耗EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*M*—锌的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

1. **试样**

12.1 金属试样应去掉表面氧化层，取样后立即称样。

12.2氧化稀土、硫化稀土需预先在烘箱中105℃烘干后，置于干燥器中，冷却至室温，立即称重。

12.3氢氧化稀土、氟化稀土、氯化稀土直接称样。

1. **分析步骤**

13.1 测定数量

称取两份试料进行平行测定，取其平均值。

13.2试料

按表7称取试样(12），精确至0.0001g。

表7

|  |  |
| --- | --- |
| 试样 | 试料，g |
| 稀土金属，氧化稀土，  氟化稀土，氢氧化稀土，硫化稀土 | 0.60 |
| 氯化稀土 | 2.00 |

13.3 测定

13.3.1 试料的溶解

13.3.1.1 稀土金属的溶解：将试料（13.2）置于150mL的烧杯中，加20mL水，5mL盐酸（11.4），盖上表面皿，低温加热溶解完全后，冷却至室温，将溶液移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

13.3.1.2 氧化稀土和氢氧化稀土（除氧化铈、氧化铽和氢氧化铈）的溶解：将试料（13.2）置于150mL的烧杯中，加入10mL盐酸（11.4），盖上表面皿，低温加热溶解完全后，冷却至室温，将溶液移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

13.3.1.3 氧化铈、氧化铽和氢氧化铈的溶解：将试料（13.2）置于150mL的烧杯中，加入10mL硝酸（11.3），1mL过氧化氢（11.5）盖上表面皿，低温加热溶解完全后并蒸至无小气泡（体积约1mL～2 mL），冷却，加2mL盐酸（11.4），用水洗杯壁和表皿，低温溶解盐类，冷却至室温，将溶液移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

13.3.1.4 氟化稀土的溶解：将试料（13.2）置于150mL的烧杯中，加5mL高氯酸（11.1），5mL硝酸（11.3），低温加热溶解至冒高氯酸白烟。稍冷，加2mL高氯酸（11.1），盖上表面皿，低温加热溶解至冒高氯酸白烟（若溶解不完全，再重复一次），蒸至1mL左右，冷却，加2mL盐酸（11.4），用水洗杯壁和表面皿，低温溶解盐类，冷却至室温，将溶液移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

13.3.1.5 氯化稀土的溶解：将试料（13.2）置于300mL的烧杯中，加20mL水，10mL盐酸（11.4），盖上表面皿，低温加热溶解完全后，冷却至室温，将溶液移入200mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

13.3.1.6硫化稀土试料的溶解：将试料（13.2）置于300mL烧杯中，加入20mL水，10mL盐酸（11.4），低温加热至5mL左右，取下冷却，加入5mL高氯酸（11.1），冒烟至体积约1至2mL，加入5mL硝酸（11.3），滴加过氧化氢（11.5）至样品溶解清亮，冷却，用水洗杯壁和表面皿，低温溶解盐类，冷却至室温，将溶液移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

13.3.2 滴定

移取10.00mL试液（13.3.1）（对于中重稀土，移取20.00mL试液）于250mL三角瓶中，加50mL水，0.2g抗坏血酸（11.2），2mL磺基水杨酸（11.7），1滴甲基橙（11.9），用氨水（11.6）和盐酸（11.4）调节溶液刚变为黄色，加5mL六次甲基四胺缓冲溶液(11.10)，2滴二甲酚橙（11.8），用EDTA标准滴定溶液（11.12）滴定至溶液由红色刚变为黄色即为终点。

1. **分析结果的计算与表述**

14.1 稀土化合物试料中氧化稀土总量的计算与表述

按公式（5）计算氧化稀土总量（REO），以质量分数表示，单位为百分数（%）：

…………………………（5）

式中：*M*—试料中所含氧化稀土的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

*c*—EDTA标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*—消耗EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V1—*试液的总体积，单位为毫升（mL）；

*V2—*分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

*m0*—试料的质量，单位为克（g）；

—试料中主体氧化稀土（RExOy）分子中稀土的原子数目。

14.2 稀土金属试料中稀土金属总量的计算与表述

按公式（6）计算稀土金属总量（RE），以质量分数表示，单位为百分数（%）：

…………………………（6）

式中：*M*—试料中所含稀土元素的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

*c*—EDTA标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*—消耗EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V1—*试液的总体积，单位为毫升（mL）；

*V2—*分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

*m0*—试料的质量，单位为克（g）。

14.3 以重稀土钬、铒、铥、镱、镥为主体的混合稀土化合物试料中氧化稀土总量的计算与表述：

按公式（7）计算氧化稀土总量（REO），以质量分数表示，单位为百分数（%）：

………………………（7）

式中：*c*—EDTA标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*—消耗EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V1—*试液的总体积，单位为毫升（mL）；

*V2—*分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

*m0*—试料的质量，单位为克（g）；

*M*—试料中稀土元素相对比例相一致的混合氧化稀土的摩尔质量的，单位为克每摩尔（g/mol）；按公式（8）计算：

………………………………（8）

式中：*Pi*—各稀土氧化物在试料所含相应混合氧化稀土总量中所占的摩尔分数，单位为百分数（％）；

*ki*—各氧化稀土（RExOy）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

x—各氧化稀土（RExOy））分子中稀土的原子数目。

14.4 以重稀土钬、铒、铥、镱、镥为主体的混合稀土金属试料中稀土金属总量的计算与表述：

按公式（9）计算稀土金属总量（RE），以质量分数表示，单位为百分数（%）：

…………………………（9）

式中： *c*—EDTA标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*—消耗EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V1—*试液的总体积，单位为毫升（mL）；

*V2—*分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

*m0*—试料的质量，单位为克（g）；

*M*—试料中稀土元素相对比例相一致的混合稀土金属的摩尔质量，单位克每摩尔（g/mol）；按公式（10）计算：

………………………………（10）

式中：*Pi*—各稀土金属在试料所含相应混合稀土金属总量中所占的摩尔分数，单位为百分数（％）；

*ki*—各稀土元素的摩尔质量，单位克每摩尔（g/mol）。

1. **精密度**

15.1 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8数据采用线性内插法求得：

表8

|  |  |
| --- | --- |
| 稀土总量，% | 重复性限，r/% |
|  |  |
|  |  |
|  |  |

15.2允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表9所列允许差。

表9

|  |  |
| --- | --- |
| 稀土总量，% | 允许差，% |
|  |  |
|  |  |
|  |  |

1. **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。

———————————————