

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

202×-××-××实施

202×-××-××发布

镧铈金属及其化合物化学分析方法

第2部分：稀土量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

**Chemical analysis methods of lanthanum-cerium metals and their compounds**

**Part 2: Determination of rare earth content by**

**Inductively coupled plasma emission spectrometry**

（送审稿）

（预审稿）

GB/T ××××—202×

中华人民共和国国家标准

**ICS** 77.120.99

**H** 65

**前言**

GB/T XXXXX《镧铈金属及其化合物化学分析方法》共分为2个部分：

——第1部分：铈量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；

——第2部分：镧铈金属及其化合物化学分析方法 稀土量的测定。

本部分为GB/T XXXXX的第2部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)提出并归口。

本部分起草单位：中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司、包头稀土研究院、包头华美稀土高科有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、赣州晨光稀土新材料股份有限公司、广东珠江稀土有限公司、钢研纳克检测技术股份有限公司、中国有色桂林地质矿产研究院有限公司、有研稀土新材料股份有限公司。

本部分主要起草人：曹俊杰、李淑萍、都业俭、于亚辉、刘丹娜、薛建萍、刘志宏、田佳、施意华、凌乐玖、宋伟新、陆翌欣、文涛、张玉龙、邓楠。

镧铈金属及其化合物化学分析方法

稀土量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1. 范围

本标准规定了镧铈金属及其化合物中镧、铈含量，稀土杂质含量的测定。

本标准适用于镧铈金属及其化合物中镧、铈含量，稀土杂质含量的测定。方法1 电感耦合等离子体发射光谱法适用于镧铈金属及其化合物中镧、铈含量的测定，测定范围见表1；方法2 电感耦合等离子体发射光谱法适用于镧铈金属及其化合物中稀土杂质含量的测定，测定范围见表2。

表1 方法1测量范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 被测元素 | 质量分数/% | 被测元素 | 质量分数/% |
| 氧化镧 | 20.00 ~ 40.00 | 氧化铈 | 60.00 ~ 80.00 |

表2 方法2测量范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 被测元素 | 质量分数/% | 被测元素 | 质量分数/% |
| 氧化镨  氧化钕  氧化钐  氧化铕  氧化钆  氧化铽  氧化镝 | 0.0040 ~ 0.50  0.0040 ~ 0.50  0.0040 ~ 0.50  0.0020 ~ 0.50  0.0020 ~ 0.50  0.0020 ~ 0.50  0.0020 ~ 0.50 | 氧化钬  氧化铒  氧化铥  氧化镱  氧化镥  氧化钇 | 0.0020 ~ 0.50  0.0020 ~ 0.50  0.0020 ~ 0.50  0.0020 ~ 0.50  0.0020 ~ 0.50  0.0020 ~ 0.50 |

1. 镧、铈含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

2.1 方法原理

试料以硝酸溶解，在稀硝酸介质中，以氩等离子体光源激发，进行光谱测定。将其它稀土杂质减去后用归一的方法得出各元素含量。

2.2 试剂和材料

2.2.1 硝酸（*ρ* 1.42g/mL），分析纯。

2.2.2 过氧化氢（30%)，分析纯。

2.2.3 硝酸（1+1），分析纯。

2.2.4 硝酸（1+19），分析纯。

2.2.5 1＃标准贮存溶液：称取0.8000g经950℃灼烧的氧化铈[*w*（REO）≥99.5%，*w*（CeO2/REO）≥99.99%]和0.2000g经950℃灼烧的氧化镧[*w*（REO）≥99.5%，*w*（La2O3/REO）≥99.99%]，置于200mL烧杯中，加入20mL硝酸（2.2.3），5mL过氧化氢（2.2.2），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.2.6 2＃标准贮存溶液：称取0.7500g经950℃灼烧的氧化铈[*w*（REO）≥99.5%，*w*（CeO2/REO）≥99.99%]和0.2500g经950℃灼烧的氧化镧[*w*（REO）≥99.5%，*w*（La2O3/REO）≥99.99%]，置于200mL烧杯中，加入20mL硝酸（2.2.3），5mL过氧化氢（2.2.2），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.2.7 3＃标准贮存溶液：称取0.7000g经950℃灼烧的氧化铈[*w*（REO）≥99.5%，*w*（CeO2/REO）≥99.99%]和0.3000g经950℃灼烧的氧化镧[*w*（REO）≥99.5%，*w*（La2O3/REO）≥99.99%]，置于200mL烧杯中，加入20mL硝酸（2.2.3），5mL过氧化氢（2.2.2），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.2.8 4＃标准贮存溶液：称取0.6500g经950℃灼烧的氧化铈[*w*（REO）≥99.5%，*w*（CeO2/REO）≥99.99%]和0.3500g经950℃灼烧的氧化镧[w（REO）≥99.5%，*w*（La2O3/REO）≥99.99%]，置于200mL烧杯中，加入20mL硝酸（2.2.3），5mL过氧化氢（2.2.2），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.2.9 5＃标准贮存溶液：称取0.6000g经950℃灼烧的氧化铈[*w*（REO）≥99.5%，*w*（CeO2/REO）≥99.99%]和0.4000g经950℃灼烧的氧化镧[*w*（REO）≥99.5%，*w*（La2O3/REO）≥99.99%]，置于200mL烧杯中，加入20mL硝酸（2.2.3），5mL过氧化氢（2.2.2），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.2.10 6＃标准贮存溶液：称取0.5500g经950℃灼烧的氧化铈[w（REO）≥99.5%，*w*（CeO2/REO）≥99.99%]和0.4500g经950℃灼烧的氧化镧[*w*（REO）≥99.5%，*w*（La2O3/REO）≥99.99%]，置于200mL烧杯中，加入20mL硝酸（2.2.3），5mL过氧化氢（2.2.2），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.2.11 氩气[*φ*(Ar)>99.99%]。

2.3 仪器

2.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪：分辨率小于0.006nm （200nm处）。

2.3.2 光源：氩等离子体光源。

2.4 试样

2.4.1 氧化镧铈试样的制备：试样于105℃烘1 h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

2.4.2 镧铈金属试样的制备：试样应去掉表面氧化层，取样后，立即称量。

2.4.3 氯化镧铈试样的制备：将试样破碎，迅速置于称量瓶中，立即称量。

2.5 分析步骤

2.5.1 试料

2.5.1.1 氧化物试料

称取0.25g试样（5.1），精确至0.0001g。

2.5.1.2 金属试料

称取2.00g试样（5.2），精确至0.0001g。

2.5.1.3 氯化物试料

称取2.00g试样（5.3），精确至0.0001g。

2.5.2 测定数量

独立进行两次平行测定，取其平均值。

2.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

2.5.4 分析试液的制备

2.5.4.1 将试料（2.5.1.1）于100 mL烧杯中，加入少量水和5mL硝酸（2.2.3），并滴加过氧化氢（2.2.2），加热至溶解完全，冷却后移入50mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.5.4.2 将试料（2.5.1.2，2.5.1.3）于100 mL烧杯中，加入少量水和10mL硝酸（2.2.3），加热至溶解完全(必要时滴加过氧化氢），冷却后移入200mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.5.4.3 按照试料中所含氧化稀土总量，分取一定体积试液于50mL容量瓶中,以硝酸（2.2.4）稀释至刻度，混匀，使得试液中稀土总量约为0.2mg/mL。待测。

2.5.5 系列标准溶液的配制

移取各贮存溶液（2.2.5~2.2.10）2.00mL于6个100 mL容量瓶中，用硝酸（2.2.4）稀释至刻度，混匀，配制成系列标准溶液，系列标准溶液浓度见表3。

表3系列标准溶液浓度

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 标液标号 | 氧化镧的质量浓度  μg/mL | 氧化铈的质量浓度  μg/mL |
| 1 | 40 | 160 |
| 2 | 50 | 150 |
| 3 | 60 | 140 |
| 4 | 70 | 130 |
| 5 | 80 | 120 |
| 6 | 90 | 110 |

2.5.6 测定

2.5.6.1 推荐分析线波长见表4。

表4推荐分析线

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | La | Ce |
| 波长/ nm | 398.852，408.671，333.749 | 413.765，446.021，456.236 |

2.5.6.2将分析试液（2.5.4.3）和系列标准溶液（2.5.5）同时进行氩等离子体光谱测定。

2.7 分析结果的计算与表述

镧、铈量以待测元素的质量分数*w*计，按公式（1）计算：

...................................................（1）

式中：

*ki*——各元素单质与其氧化物的换算系数，见表5。计算氧化物含量时，*ki*=1 ；

*ρi*——分析试液（2.5.4.3）中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ0*——空白溶液（2.5.3）中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*wi* ——第3章测定的稀土杂质含量的质量分数，单位为百分含量（%）；

∑*kiρi*——分析试液（2.5.4.3）中各待测元素单质的质量浓度之和，单位为微克每毫升（µg/mL）。

表5单质与氧化物换算系数

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | *k* | 元素 | *k* |
| La | 0.8526 | Dy | 0.8713 |
| Ce | 0.8141 | Ho | 0.8730 |
| Pr | 0.8277 | Er | 0.8745 |
| Nd | 0.8573 | Tm | 0.8756 |
| Sm | 0.8624 | Yb | 0.8782 |
| Eu | 0.8636 | Lu | 0.8794 |
| Gd | 0.8676 | Y | 0.7874 |
| Tb | 0.8502 | - | - |

2.8 精密度

2.8.1 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6数据采用线性内插法求得。

表6 重复性

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | 配分量/% | 重复性限（*r*）/% |
| 氧化镧 | 24.94 | 0.36 |
| 31.18 | 0.31 |
| 33.52 | 0.35 |
| 37.76 | 0.38 |
| 38.90 | 0.39 |
| 氧化铈 | 61.09 | 0.39 |
| 61.96 | 0.38 |
| 66.47 | 0.35 |
| 68.81 | 0.32 |
| 75.05 | 0.36 |
| 注：重复性限（*r*）为2.8×Sr，Sr为重复性标准差。 | | |

2.8.2允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表7所列允许差。

表7 允许差

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | 配分量/% | 允许差/% |
| 氧化镧 | 20.00~30.00 | 0.45 |
| >30.00~40.00 | 0.50 |
| 氧化铈 | 60.00~70.00 | 0.60 |
| >70.00~80.00 | 0.70 |

3 稀土杂质量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

3.1 方法原理

试料以硝酸溶解，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，以基体匹配法校正基体对测定的影响。

3.2 试剂和材料

3.2.1 硝酸（*ρ* 1.42g/mL），分析纯。

3.2.2 过氧化氢（30%），分析纯。

3.2.3 硝酸（1+1），分析纯。

3.2.4 硝酸（1+19），分析纯。

3.2.5 氧化镧基体溶液：称取1.7500g经950℃灼烧1h的氧化镧[*w*(REO)>99.5%，*w* (La2O3/REO)>99.99%]于200mL烧杯中，加30mL硝酸（3.2.3），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含17.5mg氧化镧。

3.2.6氧化铈基体溶液：称取3.2500g经950℃灼烧1h的氧化铈[*w*(REO)>99.5%，*w*(CeO2/REO)>99.99%]于100mL烧杯中，加30mL硝酸（3.2.3），加10mL过氧化氢（3.2.2）,低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含32.5mg氧化铈。

3.2.7 氧化镨标准溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化镨[*w*(REO)>99.5%，*w*(Pr6O11/REO)>99.99%]于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.2.3），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化镨。

3.2.8 氧化钕标准溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化钕[*w*(REO)>99.5%，*w*(Nd2O3/REO)>99.99%]于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.2.3），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化钕。

3.2.9氧化钐标准溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化钐[*w*(REO)>99.5%，*w*(Sm2O3/REO)>99.99%]于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.2.3），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化钐。

3.2.10 氧化铕标准溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化铕[*w*(REO)>99.5%，w(Eu2O3/REO)>99.999%]于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.2.3），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化铕。

3.2.11 氧化钆标准溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化钆[*w*(REO)>99.5%，*w*(Gd2O3/REO)>99.99%]于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.2.3），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化钆。

3.2.12 氧化铽标准溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化铽[*w*(REO)>99.5%，*w*(Tb4O7/REO)>99.999%]于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.2.3），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化铽。

3.2.13氧化镝标准溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化镝[*w*(REO)>99.5%，*w*(Dy2O3/REO)>99.999%]于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.2.3），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化镝。

3.2.14氧化钬标准溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化钬[*w*(REO)>99.5%，*w*(Ho2O3/REO)>99.999%]于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.2.3），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化钬。

3.2.15 氧化铒标准溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化铒[*w*(REO)>99.5%，*w*(Er2O3/REO)>99.999%]于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.2.3），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化铒。

3.2.16氧化铥标准溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化铥[*w*(REO)>99.5%，*w*(Tm2O3/REO)>99.999%]于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.2.3），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化铥。

3.2.17 氧化镱标准溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化镱[*w*(REO)>99.5%，*w*(Yb2O3/REO)>99.999%]于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.2.3），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化镱。

3.2.18 氧化镥标准溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化镥[*w*(REO)>99.5%，*w*(Lu2O3/REO)>99.999%]于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.2.3），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化镥。

3.2.19 氧化钇标准溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化钇[*w*(REO)>99.5%，*w*(Y2O3/REO)>99.999%]于100mL烧杯中，加10mL硝酸（3.2.3），低温加热至溶解完全，冷却至室温后移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化钇。

3.2.20 混合稀土标准溶液：分别移取5.00mL单一稀土标准溶液（3.2.7~3.2.19）于100mL容量瓶中，补加2mL硝酸（3.2.3），以水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含50µg各单一稀土元素。再将此溶液稀释成1mL含各单一稀土元素分别为1µg的标准溶液。

3.2.21 氩气[*φ*(Ar)>99.99%]。

3.3 仪器

3.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪，分辨率小于0.006nm （200nm处）。

3.3.2 光源：氩等离子体光源。

3.4 试样

3.4.1 氧化镧铈试样的制备：试样于105℃烘1 h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

3.4.2 镧铈金属试样的制备：试样应去掉表面氧化层，取样后，立即称量。

3.4.3 氯化镧铈试样的制备：将试样破碎，迅速置于称量瓶中，立即称量。

3.5 分析步骤

3.5.1 试料

3.5.1.1 氧化物试料

称取0.25g试样（3.4.1），精确至0.0001g。

3.5.1.2金属试料

称取2.00g试样（3.4.2.），精确至0.0001g。

3.5.1.3 氯化物试料

称取2.00g试样（3.4.3），精确至0.0001g。

3.5.2 测定数量

独立进行两次平行测定，取其平均值。

3.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

3.5.4 分析试液的制备

3.5.4.1将试料（3.5.1.1）置于250mL烧杯中，加入5mL硝酸（3.2.3），3~4滴过氧化氢（3.2.2），低温加热至溶解完全，冷却至室温，转入50mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3.5.4.2 将试料（3.5.1.2、3.5.1.3）于100 mL烧杯中，加入少量水和10mL硝酸（3.2.3），加热至完全溶解(必要时滴加过氧化氢），冷却后移入50mL容量瓶中，用硝酸（3.2.4）稀释至刻度，混匀。

3.5.4.3 分取一定体积试液于25mL容量瓶中,以硝酸（3.2.4）稀释至刻度，混匀，使得试液中镧铈基体总量约为5g/L。

3.5.5系列标准溶液的配制

将氧化镧基体溶液（3.2.5）、氧化铈基体溶液（3.2.6）和混合稀土标准溶液（3.2.20）按表8分别移入6个50mL容量瓶中，加入1mL硝酸（3.2.3），以水稀释至刻度，混匀，制得系列标准溶液

表8 系列标准溶液浓度

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液标号 | 各稀土质量浓度/μg/mL | | | | | | | |
| 镧 | 铈 | 镨 | 钕 | 钐 | 铕 | 钆 | 铽 |
| 1 | 1750 | 3250 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 1750 | 3250 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 |
| 3 | 1750 | 3250 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 |
| 4 | 1750 | 3250 | 2.5 | 2.5 | 2.5 | 2.5 | 2.5 | 2.5 |
| 5 | 1750 | 3250 | 5.0 | 5.0 | 5.0 | 5.0 | 5.0 | 5.0 |
| 6 | 1750 | 3250 | 25 | 25 | 25 | 25 | 25 | 25 |
| 标液编号 | 各稀土质量浓度/μg/mL | | | | | | | |
| 镝 | 钬 | 铒 | 铥 | 镱 | 镥 | 钇 |  |
| 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 2 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | / |
| 3 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.5 | / |
| 4 | 2.5 | 2.5 | 2.5 | 2.5 | 2.5 | 2.5 | 2.5 | / |
| 5 | 5.0 | 5.0 | 5.0 | 5.0 | 5.0 | 5.0 | 5.0 | / |
| 6 | 25 | 25 | 25 | 25 | 25 | 25 | 25 |  |

3.5.6 测定

3.5.6.1 推荐分析线见表9。

表9 推荐分析线

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 分析线 / nm | 元素 | 分析线 / nm |
| Pr | 410.075，422.532,414.314 | Ho | 345.600 |
| Nd | 406.109，430.357 | Er | 326.478 |
| Sm | 443.432，359.259 | Tm | 313.126 |
| Eu | 381.966，412.972 | Yb | 328.937 |
| Gd | 310.050，301.013 | Lu | 261.542 |
| Tb | 332.440，370.285 | Y | 371.029，377.433 |
| Dy | 353.170，352.398 |  |  |

3.5.6.2 将空白试液（3.5.3）、分析试液（3.5.4）和系列标准溶液（3.5.5）同时进行氩等离子体光谱测定。

3.6 分析结果的计算与表述

各单一稀土元素量以被测稀土元素的质量分数*w*计，按公式（2）计算：

 ..........................（2）

式中：

*k*——各元素单质与其氧化物的换算系数，见表5。计算氧化物含量时，*k*=1 ；

*ρ0* —— 空白试验（3.5.3）溶液中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ1* —— 分析试液（3.5.4）中稀土元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V0*——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V2*——试液的测定体积，单位为毫升（mL）；

*V1*——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

*m0*——试料的质量，单位为克（g）。

3.7 精密度

3.7.1 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10数据采用线性内插法求得。

表 10 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定元素 | 质量分数/% | 重复性限*r*/% | 测定元素 | 质量分数/% | 重复性限*r*/% |
| 氧化镨 | 0.0048 | 0.0008 | 氧化钬 | 0.0022 | 0.0003 |
| 0.0070 | 0.0010 | 0.0042 | 0.0004 |
| 0.018 | 0.002 | 0.016 | 0.001 |
| 0.100 | 0.004 | 0.100 | 0.002 |
| 0.51 | 0.02 | 0.50 | 0.01 |
| 氧化钕 | 0.0041 | 0.0005 | 氧化铒 | 0.0024 | 0.0002 |
| 0.0059 | 0.0005 | 0.0047 | 0.0003 |
| 0.017 | 0.001 | 0.016 | 0.001 |
| 0.100 | 0.006 | 0.096 | 0.009 |
| 0.47 | 0.03 | 0.48 | 0.03 |
| 氧化钐 | - | - | 氧化铥 | 0.0026 | 0.0002 |
| 0.0039 | 0.0004 | 0.0047 | 0.0003 |
| 0.014 | 0.002 | 0.015 | 0.002 |
| 0.100 | 0.004 | 0.100 | 0.007 |
| 0.50 | 0.02 | 0.50 | 0.03 |
| 氧化铕 | 0.0019 | 0.0002 | 氧化镱 | 0.0023 | 0.0002 |
| 0.0039 | 0.0002 | 0.0044 | 0.0003 |
| 0.016 | 0.001 | 0.016 | 0.002 |
| 0.100 | 0.004 | 0.099 | 0.006 |
| 0.49 | 0.02 | 0.47 | 0.02 |
| 氧化钆 | 0.0021 | 0.0004 | 氧化镥 | 0.0021 | 0.0002 |
| 0.0037 | 0.0004 | 0.0040 | 0.0004 |
| 0.016 | 0.002 | 0.014 | 0.002 |
| 0.090 | 0.007 | 0.100 | 0.007 |
| 0.47 | 0.03 | 0.47 | 0.03 |
| 氧化铽 | 0.0019 | 0.0003 | 氧化钇 | 0.0018 | 0.0002 |
| 0.0043 | 0.0004 | 0.0039 | 0.0002 |
| 0.016 | 0.001 | 0.015 | 0.002 |
| 0.100 | 0.003 | 0.100 | 0.007 |
| 0.50 | 0.02 | 0.50 | 0.03 |
| 氧化镝 | 0.0019 | 0.0002 |  |  |  |
| 0.0039 | 0.0004 |  |  |
| 0.015 | 0.002 |  |  |
| 0.100 | 0.009 |  |  |
| 0.48 | 0.03 |  |  |
| 注：重复性限（*r*）为2.8×S*r*，S*r*为重复性标准差。 | | | | | |

3.7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表11所列允许差。

表11允许差

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | 配分量/% | 允许差/% |
| 氧化镨、氧化钕、氧化钐 | 0.0040~0.008 | 0.0015 |
| >0.0080~0.010 | 0.002 |
| >0.010~0.050 | 0.005 |
| >0.050~0.10 | 0.015 |
| >0.10~0.50 | 0.05 |
| 氧化铕、氧化钆、氧化铽、氧化镝、氧化钬、氧化铒、氧化铥、氧化镱、氧化镥、氧化钇 | 0.0020~0.0080 | 0.0015 |
| >0.0080~0.010 | 0.002 |
| >0.010~0.050 | 0.005 |
| >0.050~0.10 | 0.015 |
| >0.10~0.50 | 0.05 |

5 质量保证和控制

定期用自制的控制标样（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。