XB

中华人民共和国工业和信息化部 发布

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

稀土熔盐电解回收料化学分析方法

第2部分：十五个稀土元素氧化物配分量测定　X- 射线荧光光谱法

**Chemical analysis methods of rare earth molten salt electrolytic recycled material－**

**Part 2：Determination of fifteen REO relative content－**

**X-ray fluorescence spectrometry**

(预审稿)

中华人民共和国稀土行业标准

ICS 77.120.99

H14

**XB/T** XXXX.X-202X

前　　言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则　第1部分：标准化该文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是XB/T XXXX《稀土熔盐电解回收料化学分析方法》的第3部分，GB/TXXXX已经发布了以下部分：

——第1部分：稀土总量的测定；

——第2部分：十五个稀土元素氧化物配分量测定　X- 射线荧光光谱法；

——第3部分：。

引　　言

稀土熔盐电解回收料化学分析方法

第2部分 十五个稀土元素氧化物配分量测定

X- 射线荧光光谱法

1. 范围

本文件规定了稀土熔盐电解回收料（镨钕合金熔盐电解回收料、钆铁合金熔盐电解回收料、镝铁合金熔盐电解回收料、钬铁合金熔盐电解回收料、钙热还原回收料、镧热还原回收料）中十五个稀土元素氧化物配分量的测定方法。

本文件适用于稀土熔盐电解回收料（镨钕合金熔盐电解回收料、钆铁合金熔盐电解回收料、镝铁合金熔盐电解回收料、钬铁合金熔盐电解回收料、钙热还原回收料、镧热还原回收料）中十五个稀土元素氧化物配分量的测定。测定范围（质量分数）见表1。

表1　测定范围

 %

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*（REXOY/REO） | 镨钕合金熔盐电解回收料 | 钆铁合金熔盐电解回收料 | 镝铁合金熔盐电解回收料 | 钬铁合金熔盐电解回收料 | 钙热还原回收料 | 镧热还原回收料 |
| *w*（La2O3/REO） | 0.20～7.00 | 0.20～5.00 | 0.20～5.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 70.00～99.00 |
| *w*（CeO2/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 |
| *w*（Pr6O11/REO） | 10.00～32.00 | 0.20～5.00 | 0.20～5.00 | 0.20～2.50 | 0.20～5.00 | 0.20～2.50 |
| *w*（Nd2O3/REO） | 60.00～82.00 | 0.20～5.00 | 0.20～5.00 | 0.20～10.00 | 0.20～10.00 | 0.20～2.50 |
| *w*（Sm2O3/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～20.00 |
| *w*（Eu2O3/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 |
| *w*（Gd2O3/REO） | 0.20～2.00 | 70.00～99.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 |
| *w*（Tb4O7/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～2.50 | 0.20～5.00 | 0.20～2.50 | 70.00～99.00 | 0.20～2.50 |
| *w*（REXOY/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 |
| *w*（Dy2O3/REO） | 0.20～5.00 | 0.20～5.00 | 70.00～99.00 | 0.20～10.00 | 0.20～10.00 | 0.20～2.50 |
| *w*（Ho2O3/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～5.00 | 0.20～5.00 | 70.00～99.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 |
| *w*（Er2O3/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 |
| *w*（Tm2O3/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 |
| *w*（Yb2O3/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～20.00 |
| *w*（Lu2O3/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 |

1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 602　化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6379.2　测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）　第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682　分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170　数值修约规则与极限数值的表示和判定

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 原理

试样经盐酸、硝酸和高氯酸分解后，氨水沉淀分离钙和镁，草酸沉淀稀土分离铁、锂、铝，草酸稀土经高温灼烧后转化为氧化稀土，用盐酸分解并蒸发至近干，加入钒内标溶液．制成薄样，按分析条件测量待测元素分析特征线和内标元素特征线的X射线荧光强度比值。根据该比值与待测元素含量之间的线性关系，选择相应的数学模型，计算出待测元素的相对含量。

1. 试剂或材料

除另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和满足实验室GB/T 6682二级水要求或相当纯度的水。

5.1　偏钒酸铵。

5.2　氧化钇[*w*(REO)≥99.5%，*w*(Y2O3/REO)>99.99%]，经950 ℃灼烧1 h后在干燥器中冷却至室温。

5.3　氧化镧[*w*(REO)≥99.5%，*w*(La2O3/REO)>99.99%]，经950 ℃灼烧1 h后在干燥器中冷却至室温。

5.4　氧化铈[*w*(REO)≥99.5%，*w*(CeO2/REO)>99.99%]，经950 ℃灼烧1 h后在干燥器中冷却至室温。

5.5　氧化镨[*w*(REO)≥99.5%，*w*(Pr6O11/REO)>99.99%]，经950 ℃灼烧1 h后在干燥器中冷却至室温。

5.6　氧化钕[*w*(REO)≥99.5%，*w*(Nd2O3/REO)>99.99%]，经950 ℃灼烧1 h后在干燥器中冷却至室温。

5.7　氧化钐[*w*(REO)≥99.5%，*w*(Sm2O3/REO)>99.99%]，经950 ℃灼烧1 h后在干燥器中冷却至室温。

5.8　氧化铕[*w*(REO)≥99.5%，*w*(Eu2O3/REO)>99.99%]，经950 ℃灼烧1 h后在干燥器中冷却至室温。

5.9　氧化钆[*w*(REO)≥99.5%，*w*(Gd2O3/REO)>99.99%]，经950 ℃灼烧1 h后在干燥器中冷却至室温。

5.10　氧化铽[*w*(REO)≥99.5%，*w*(b4O7/REO)>99.99%]，经950 ℃灼烧1 h后在干燥器中冷却至室温。

5.11　氧化镝[*w*(REO)≥99.5%，*w*(Dy2O3/REO)>99.99%]，经950 ℃灼烧1 h后在干燥器中冷却至室温。

5.12　氧化钬[*w*(REO)≥99.5%，*w*(Ho2O3/REO)>99.99%]，经950 ℃灼烧1 h后在干燥器中冷却至室温。

5.13　氧化铒[*w*(REO)≥99.5%，*w*(Er2O3/REO)>99.99%]，经950 ℃灼烧1 h后在干燥器中冷却至室温。

5.14　氧化铥[*w*(REO)≥99.5%，*w*(Tm2O3/REO)>99.99%]，经950 ℃灼烧1 h后在干燥器中冷却至室温。

5.15　氧化镱[*w*(REO)≥99.5%，*w*(Yb2O3/REO)>99.99%]，经950 ℃灼烧1 h后在干燥器中冷却至室温。

5.16　氧化镥[*w*(REO)≥99.5%，*w*(Lu2O3/REO)>99.99%]，经950 ℃灼烧1 h后在干燥器中冷却至室温。

5.17　盐酸（*ρ*1.19 g/mL）。

5.18　硝酸（*ρ*1.42 g/mL）。

5.19　高氯酸。

5.20　过氧化氢（30%）。

5.21　盐酸（1+1）。

5.22　盐酸（1+19）。

5.23　草酸溶液（50 g/L）。

5.24　草酸洗液（2 g/L）。

5.25　氨水（1+1）。

5.26　氯化铵-氨水洗液：100 mL水中含有2 g氯化铵和2 mL氨水。

5.27　精密pH试纸（0.5～5.0）。

5.28　甲酚红溶液（2 g/L），50%乙醇溶液。

5.29　内标溶液：称取15.435 6 g已于105 ℃烘1 h的偏钒酸铵（5.1）于400 mL烧杯中，加入一定量的水，加热溶解完全，冷却后移入2 000 mL容量瓶中，加入1 500 mL水，60 mL盐酸（5.17），用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含6.00 mg五氧化二钒。

5.30　混合稀土标准贮存溶液：分别称取1.000 0 g各单一稀土氧化物（5.2～5.15）于500 mL烧杯中，用水润湿，加入20 mL硝酸（5.18），分次加入1 mL过氧化氢（5.20），于低温分解清亮（不清亮可重复操作），加热浓缩至1 mL，加入5 mL盐酸（5.21），加热浓缩至1 mL，冷却后移入200 mL容量瓶中，用盐酸（5.22）稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL各含5 mg单一稀土氧化物。

5.31　镨钕合金熔盐电解回收料稀土标准贮存溶液：按照表2称取稀土氧化物或移取混合稀土标准贮存溶液（5.30）于6个100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.21），加入1 mL过氧化氢（5.20）于低温分解清亮，冷却后移入50 mL容量瓶中用水稀释至刻度，混匀。

表2　镨钕熔盐电解回收料土标准贮存溶液称取和移取表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 氧化钕（5.6）/g | 氧化镨（5.5）/g | 氧化镧（5.3）/g | 氧化镝（5.11）/g | 贮存溶液（5.30）/mL |
| 1 | 0.7500 | 0.2500 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 0.8220 | 0.1480 | 0 | 0 | 0.40 |
| 3 | 0.6950 | 0.2300 | 0 | 0 | 1.00 |
| 4 | 0.5400 | 0.3100 | 0 | 0 | 2.00 |
| 5 | 0.6200 | 0.0800 | 0 | 0 | 4.00 |
| 6 | 0.6000 | 0.2800 | 0.0700 | 0.0500 | 0 |

5.32　钆铁合金熔盐电解回收料稀土标准贮存溶液：按照表3称取稀土氧化物或移取混合稀土标准贮存溶液（5.30）于6个100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.21），加入1 mL过氧化氢（5.20）于低温分解清亮，冷却后移入50 mL容量瓶中用水稀释至刻度，混匀。

表3　钆铁合金熔盐电解回收料土标准贮存溶液称取和移取表

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 氧化钆（5.6）/g | 氧化镧（5.3）/g | 氧化镨（5.5）/g | 氧化钕（5.6）/g | 氧化镝（5.11）/g | 氧化钬（5.12）/g | 贮存溶液（5.30）/mL |
| 1 | 1.0000 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 0.9700 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.40 |
| 3 | 0.9250 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 1.00 |
| 4 | 0.8500 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 2.00 |
| 5 | 0.6250 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 5.00 |
| 6 | 0.7500 | 0.0500 | 0.0500 | 0.0500 | 0.0500 | 0.0500 | 0 |

5.33　钙热还原熔盐电解回收料稀土标准贮存溶液：按照表4称取稀土氧化物或移取混合稀土标准贮存溶液（5.30）于6个100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.21），加入1 mL过氧化氢（5.20）于低温分解清亮，冷却后移入50 mL容量瓶中用水稀释至刻度，混匀。

表4　钙热还原熔盐电解回收料土标准贮存溶液称取和移取表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 氧化钕（5.6）/g | 氧化镨（5.5）/g | 氧化铽（5.10）/g | 氧化镝（5.11）/g | 贮存溶液（5.30）/mL |
| 1 | 0 | 0 | 1.0000 | 0 | 0 |
| 2 | 0 | 0 | 0.9700 | 0 | 0.40 |
| 3 | 0 | 0 | 0.9250 | 0 | 1.00 |
| 4 | 0 | 0 | 0.8500 | 0 | 2.00 |
| 5 | 0 | 0 | 0.6250 | 0 | 5.00 |
| 6 | 0.1000 | 0.0500 | 0.7500 | 0.1000 | 0 |
| 7 | 0.0500 | 0.1000 | 0.8000 | 0.0500 | 0 |

5.34　镝铁合金熔盐电解回收料土标准贮存溶液：按照表5称取稀土氧化物或移取混合稀土标准贮存溶液（5.30）于6个100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.21），加入1 mL过氧化氢（5.20）于低温分解清亮，冷却后移入50 mL容量瓶中用水稀释至刻度，混匀。

表5　镝铁合金熔盐电解回收料稀土标准贮存溶液称取和移取表

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 氧化铽（5.10）/g | 氧化镧（5.3）/g | 氧化镨（5.5）/g | 氧化钕（5.6）/g | 氧化镝（5.11）/g | 氧化钬（5.12）/g | 贮存溶液（5.30）/mL |
| 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 1.0000 | 0 | 0 |
| 2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.9700 | 0 | 0.40 |
| 3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.9250 | 0 | 1.00 |
| 4 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.8500 | 0 | 2.00 |
| 5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.6250 | 0 | 5.00 |
| 6 | 0.0500 | 0.0500 | 0.0500 | 0.0500 | 0.7500 | 0.0500 | 0 |

5.35　钬铁合金熔盐电解回收料稀土标准贮存溶液：按照表6称取稀土氧化物或移取混合稀土标准贮存溶液（5.30）于6个100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.21），加入1 mL过氧化氢（5.20）于低温分解清亮，冷却后移入50 mL容量瓶中用水稀释至刻度，混匀。

表6　钬铁合金熔盐电解回收料稀土标准贮存溶液称取和移取表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 氧化钕（5.6）/g | 氧化镝（5.11）/g | 氧化钬（5.12）/g | 贮存溶液（5.30）/mL |
| 1 | 0 | 0 | 1.0000 | 0 |
| 2 | 0 | 0 | 0.9700 | 0.40 |
| 3 | 0 | 0 | 0.9250 | 1.00 |
| 4 | 0 | 0 | 0.8500 | 2.00 |
| 5 | 0 | 0 | 0.6250 | 5.00 |
| 6 | 0.1200 | 0.0750 | 0.8050 | 0 |
|  | 0.0750 | 0.1500 | 0.7750 | 0 |

5.36　镧热还原熔盐电解回收料稀土标准贮存溶液：按照表7称取稀土氧化物或移取混合稀土标准贮存溶液（5.30）于6个100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.21），加入1 mL过氧化氢（5.20）于低温分解清亮，冷却后移入50 mL容量瓶中用水稀释至刻度，混匀。

表7　镧热还原熔盐电解回收料稀土标准贮存溶液称取和移取表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 氧化镧（5.3）/g | 氧化钐（5.7）/g | 氧化镱（5.15）/g | 贮存溶液（5.30）/mL |
| 1 | 1.0000 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 0.9700 | 0 | 0 | 0.40 |
| 3 | 0.9250 | 0 | 0 | 1.00 |
| 4 | 0.8500 | 0 | 0 | 2.00 |
| 5 | 0.6250 | 0 | 0 | 5.00 |
| 6 | 0.9000 | 0.0500 | 0.0500 | 0 |
| 7 | 0.7200 | 0.0800 | 0.2000 | 0 |
| 8 | 0.6800 | 0.2000 | 0.1200 | 0 |

5.37　滤纸：*φ*50 mm，快速定性或定量。

5.38　P10 氩-甲烷气体：10%甲烷+90%氩气。

6　仪器设备

波长色散型X-射线荧光光谱仪（X光管功率≥3 kW，分光晶体LiF200）。

7　样品

将样品经105 ℃烘1 h后在干燥器中冷却至室温再称量。

1. 试验步骤

8.1　试料

按照表8称取样品（7），精确至0.1 g。

表8称样量和移取体积

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 试料名称 | 称样量，g | 稀土氧化物总量质量分数，% | 分取体积 |
| 镨钕熔盐电解回收料、镝铁合金熔盐电解回收料、钬铁合金熔盐电解回收料、钆铁合金熔盐电解回收料、钙热合金熔盐电解回收料 | 2.0 | 5.0～10.0 | 50mL |
| 2.0 | >10.0～20.0 | 30mL |
| 2.0 | >20.0～40.0 | 15mL |
| 2.0 | >40.0～80.0 | 10mL |
| 镧热合金熔盐电解回收料 | 5.0 | 30.0～50.0 | 10mL |
| 5.0 | >50.0～90.0 | 5mL |

8.2　平行测定

平行做两份试验，取其平均值。

8.3　分析步骤

8.3.1　试料溶解

8.3.1.1　镨钕熔盐电解回收料、镝铁合金熔盐电解回收料、钬铁合金熔盐电解回收料、钆铁合金熔盐电解回收料、钙热合金熔盐电解回收料收料溶解。

称取2.0 g试料于250 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入15 mL硝酸（5.18）、5 mL盐酸（5.17）、1 mL过氧化氢（5.20），低温加热10 min，加入10 mL高氯酸（5.19）冒烟至尽干，冷却。含碳高的试料重复上述操作1～2次。加入5 mL盐酸（5.22），加热溶解盐类，冷却，加入100 mL水，混匀，过滤。

8.3.1.2　镧热合金熔盐电解回收料溶解

称取4.0 g试料于500 mL中，加入20 mL盐酸（5.17）、1 mL过氧化氢（5.20），低温加热至清亮。冷却至室温，加入200 mL水，混匀，过滤。

8.3.2　稀土氧化物的制备

8.3.2.1　钙热合金熔盐电解回收料收料：按照表8移取试液（8.3.1）于300 mL烧杯中，用水稀释至约100 mL，加热至近沸，滴加氨水（5.25）至刚出现沉淀，加0.1 mL过氧化氢（5.20），30 mL氨水（5.25），煮沸。用中速定量滤纸过滤。用氯化铵-氨水洗液（5.26）洗涤烧杯2～3次，沉淀6～7次，弃去滤液。将沉淀和滤纸放于原烧杯中，加10 mL盐酸（5.21），捣碎滤纸。加入100 mL水，煮沸。

8.3.2.2　镨钕熔盐电解回收料、镝铁合金熔盐电解回收料、钬铁合金熔盐电解回收料、钆铁合金熔盐电解回收料、镧热合金熔盐电解回收料：按照表8移取（8.1）于300 mL烧杯中，加入少许纸浆，用水稀释至100 mL，加热至近沸。

8.3.3.3　于试液（8.3.2.1）、（8.3.2.2）中加入近沸的50 mL草酸溶液（5.23），用氨水（5.25）、HCl（5.21）和精密pH试纸（5.29）调节pH为2.0；或加4～6滴甲酚红溶液（5.28），用氨水（5.25）调至溶液呈桔黄色（pH1.8～2.0）。于80 ℃～90 ℃保温40 min，冷却至室温，放置2 h。

8.3.3.4　用慢速定量滤纸过滤，用草酸洗液（5.24）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瓷坩埚中，低温加热，将沉淀和滤纸灰化。

8.3.3.5　将瓷坩锅和沉淀于950 ℃高温炉中灼烧1 h。将瓷坩锅及烧成的氧化稀土置于干燥器中，冷却至室温，将稀土氧化物倒出，称其质量。

8.4　试样样片的制备

8.4.1　将氧化稀土（8.2.5）置于100 mL烧杯中，加入5 mL盐酸（5.21），加入0.5 mL过氧化氢（5.20）于低温分解清亮，加热至近干。冷却至室温后按照2.50 mL/50 mg氧化稀土加入钒内标溶液（5.29），溶解清亮，混匀。

8.4.2　移取0.30 mL试液（8.4.1），均匀滴在平铺于玻璃板上的滤纸片（5.37）上，放置15 min，在红外线灯下烘干，待测。

8.4　标准样片的制备

移取5.00 mL标准贮存溶液（5.31～5.36）于100 mL烧杯中，加热至近干，冷却至室温后加入5.00 mL钒内标溶液（5.27），溶解清亮，混匀。以下按（8.4.2）进行。各系列标准片配分值见表9～表14。

表8　镨钕熔盐电解回收料标准样片配分值（%）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样片编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Y2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.00  | 0.00  |
| La2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.00  | 7.00  |
| CeO2/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.00  | 0.00  |
| Pr6O11/REO | 25.00  | 15.00  | 23.50  | 32.00  | 10.00  | 28.00  |
| Nd2O3/REO | 75.00  | 82.40  | 70.00  | 55.00  | 64.00  | 60.00  |
| Sm2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.00  | 0.00  |
| Eu2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.00  | 0.00  |
| Gd2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.00  | 0.00  |
| Tb4O7/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.00  | 0.00  |
| Dy2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.00  | 5.00  |
| Ho2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.00  | 0.00  |
| Er2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.00  | 0.00  |
| Tm2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.00  | 0.00  |
| Yb2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.00  | 0.00  |
| Lu2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.00  | 0.00  |

表9　钆铁合金熔盐电解回收料标准样片配分值（%）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样片编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Y2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |
| La2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 5.00  |
| CeO2/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |
| Pr6O11/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 5.00  |
| Nd2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 5.00  |
| Sm2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |
| Eu2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |
| Gd2O3/REO | 100.00  | 97.20  | 93.00  | 86.00  | 65.00  | 75.00  |
| Tb4O7/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |
| Dy2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 5.00  |
| Ho2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 5.00  |
| Er2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |
| Tm2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |
| Yb2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |
| Lu2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |

表10　钙热还原回收料标准样片配分值（%）

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样片编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Y2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| La2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| CeO2/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| Pr6O11/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 5.00  | 10.00  |
| Nd2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 10.00  | 5.00  |
| Sm2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| Eu2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| Gd2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| Tb4O7/REO | 100.00  | 97.20  | 93.00  | 86.00  | 65.00  | 75.00  | 80.00  |
| Dy2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 10.00  | 5.00  |
| Ho2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| Er2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| Tm2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| Yb2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| Lu2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |

表11　镝铁合金熔盐电解回收料标准样片配分值（%）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样片编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Y2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |
| La2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 7.00  |
| CeO2/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |
| Pr6O11/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 28.00  |
| Nd2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 60.00  |
| Sm2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |
| Eu2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |
| Gd2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |
| Tb4O7/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |
| Dy2O3/REO | 100.00  | 97.20  | 93.00  | 86.00  | 65.00  | 5.00  |
| Ho2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |
| Er2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |
| Tm2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |
| Yb2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |
| Lu2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  |

表12　钬铁熔盐电解回收料标准样片配分值（%）

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样片编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Y2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| La2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| CeO2/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| Pr6O11/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| Nd2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 12.00  | 7.5 |
| Sm2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| Eu2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| Gd2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| Tb4O7/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| Dy2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 7.50  | 15.00  |
| Ho2O3/REO | 100.00  | 97.20  | 93.00  | 86.00  | 65.00  | 80.50  | 77.5  |
| Er2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| Tm2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| Yb2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |
| Lu2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  |

表13　镧热还原熔盐电解回收料标准样片配分值（%）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样片编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Y2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  | 0.00  |
| La2O3/REO | 100.00  | 97.20  | 93.00  | 86.00  | 65.00  | 90.00  | 72.00  | 68.00  |
| CeO2/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  | 0.00  |
| Pr6O11/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  | 0.00  |
| Nd2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  | 0.00  |
| Sm2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 5.00  | 8.00  | 20.00  |
| Eu2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  | 0.00  |
| Gd2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  | 0.00  |
| Tb4O7/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  | 0.00  |
| Dy2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  | 0.00  |
| Ho2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  | 0.00  |
| Er2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  | 0.00  |
| Tm2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  | 0.00  |
| Yb2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 5.00  | 20.00  | 12.00  |
| Lu2O3/REO | 0.00  | 0.20  | 0.50  | 1.00  | 2.50  | 0.00  | 0.00  | 0.00  |

8.5　分析条件

X射线荧光光谱仪的工作功率3600 W，细准直器，LiF200晶体，FC-SC计数器联用，真空光路，其他条件见表14。

表14　分析条件

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | V | Y | La | Ce | Pr | Nd | Sm | Eu |
| 分析线 | Kβ1 | Kα1 | Lα1 | Lα1 | Lβ1 | Lα1 | Lβ1 | Lα1 |
| 2θ0 | 69.15 | 23.76 | 82.91 | 79.05 | 68.25 | 72.16 | 59.53 | 63.58 |
| 元素 | Gd | Tb | Dy | Ho | Er | Tm | Yb | Lu |
| 分析线 | Lα1 | Lα1 | Lα1 | Lβ1 | Lβ1 | Lα1 | Lα1 | Lβ1 |
| 2θ0 | 61.13 | 58.85 | 56.52 | 48.32 | 46.44 | 50.80 | 49.06 | 41.40 |

8.6　测定

将标准系列各稀土元素的配分值输入计算机，按照分析条件（8.5）测定标准样片（8.4），由计算机计算得到标准曲线系数、谱线干扰和基体效应系数。再测定试样片（8.3），由计算机计算校正输出各稀土元素质量分数(为了数据统计的准确性试验报告数据保留小数点后三位，标准规定的报出数据为保留小数点后两位)。

9　试验数据处理

按下式计算十五个稀土元素氧化物配分量，数值以%计：



式中：*w*——待测稀土元素的氧化物质量分数；

*∑wi*——稀土元素的氧化物质量分数之和。

10　精密度

10.1　精密度原始数据及统计

精密度数据是在2020年，由7家实验室对7种稀土铁合金中各稀土杂质含量的5个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对7种稀土铁合金中各稀土杂质含量的每个水平在重复性条件下独立测定11次。共同试验数据按GB/T 6379.2进行统计分析。

10.2　重复性

在重复性条件下获得的两次独立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5、表6、表7数据采用线性内插法或外延法求得。