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

稀土火法冶炼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

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

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

(送审稿)

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《稀土火法冶炼回收料化学分析方法》的第2部分，GB/T XXXX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；

——第3部分：铝、镍、锌、铬量的测定。

引　　言

稀土火法冶炼回收料是指稀土金属（如：单一稀土金属、混合稀土金属）与稀土合金（如：稀土铁合金、稀土铝合金等）产品在生产过程中产生的具有稀土元素回收价值的回收料。化学成分是火法冶炼回收料的重要考核指标。制定科学、准确的化学成分分析标准方法，通过明确适用范围，规范试剂、材料、试验设备和步骤，并经过反复多次的试验和验证给出精密度数据，可以增强不同试验室间数据的一致性和可比性，为稀土火法冶炼回收料的品质核查提供严谨、规范的技术手段，有利于促进稀土火法冶炼回收料的生产与贸易。共由3个部分构成。

——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；

——第3部分：铝、镍、锌、铬量的测定。

本系列标准为镨钕合金火法冶炼回收料、钆铁合金火法冶炼回收料、镝铁合金火法冶炼回收料、钬铁合金火法冶炼回收料、钙热还原回收料、镧热还原回收料等稀土火法冶炼回收料中稀土总量、稀土杂质和非稀土杂质的综合分析方法系列标准。方法标准引用了先进的检测方法，并基本覆盖了镨钕合金火法冶炼回收料、钆铁合金火法冶炼回收料、镝铁合金火法冶炼回收料、钬铁合金火法冶炼回收料、钙热还原回收料、镧热还原回收料等现有的稀土火法冶炼回收料。本系列标准方法的建立为稀土稀土火法冶炼回收料化学成分的测定提供了准确的方法规范，具有良好的操作性。

本系列标准根据最新的标准化文件的结构和起草规则编写，所有标准方法均通过多家实验室试验、验证，在标准中给出了至少覆盖高、中、低的重复性、再现性限值。

稀土火法冶炼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

1. 范围

本文件规定了镨钕合金火法冶炼回收料、镧铈合金火法冶炼回收料、钙热还原回收料、镧热还原回收料、稀土铁合金火法冶炼回收料（镝铁、钬铁、钆铁）中十五个稀土元素氧化物配分量的测定方法。

本文件共包含2个方法：方法1　 X-射线荧光光谱法，方法2　电感耦合等离子体原子发射光谱法。方法1适用于镨钕合金火法冶炼回收料、镧铈合金火法冶炼回收料、镧热还原回收料、稀土铁合金火法冶炼回收料（镝铁、钬铁、钆铁）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；方法2适用于镨钕合金火法冶炼回收料、镧铈合金火法冶炼回收料、镧热还原回收料、钙热还原回收料、稀土铁合金火法冶炼回收料（镝铁、钬铁、钆铁）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2。

当两个方法的分析范围出现重叠时，首选方法2为仲裁方法。

表1　方法1测定范围

%

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*（REXOY/REO） | 镨钕合金火法  冶炼回收料 | 镧铈合金火法  冶炼回收料 | 钆铁合金火法  冶炼回收料 | 镝铁合金火法  冶炼回收料 | 钬铁合金火法  冶炼回收料 | 镧热还原  回收料 |
| *w*（Y2O3/REO） | 0.20～5.00 | 0.20～2.00 | 0.20～5.00 | 0.20～5.00 | 0.20～5.00 | 0.20～2.50 |
| *w*（La2O3/REO） | 0.20～7.00 | 25.00～65.00 | 0.20～5.00 | 0.20～5.00 | 0.20～2.50 | 70.00～99.00 |
| *w*（CeO2/REO） | 0.20～2.00 | 15.00～80.00 | 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 | 0.20～5.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 |
| *w*（Nd2O3/REO） | 60.00～82.00 | 0.20～5.00 | 0.20～5.00 | 0.20～5.00 | 0.20～10.00 | 0.20～2.50 |
| *w*（Sm2O3/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～5.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～20.00 |
| *w*（Eu2O3/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～2.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 |
| *w*（Gd2O3/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～5.00 | 70.00～99.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 |
| *w*（Tb4O7/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～2.00 | 0.20～2.50 | 0.20～5.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 |
| *w*（Dy2O3/REO） | 0.20～5.00 | 0.20～5.00 | 0.20～5.00 | 70.00～99.00 | 0.20～10.00 | 0.20～2.50 |
| *w*（Ho2O3/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～5.00 | 0.20～5.00 | 0.20～5.00 | 70.00～99.00 | 0.20～2.50 |
| *w*（Er2O3/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～2.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 |
| *w*（Tm2O3/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～2.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 |
| *w*（Yb2O3/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～2.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～20.00 |
| *w*（Lu2O3/REO） | 0.20～2.00 | 0.20～2.00 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 | 0.20～2.50 |

表2　方法2测定范围

%

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*（REXOY/REO） | 镧铈、镨钕合金火法  冶炼回收料 | 稀土铁合金火法  冶炼回收料 | 镧热还原  回收料 | 钙热还原  回收料 |
| *w*（Y2O3/REO） | 0.20～10.00 | 0.10～5.00 | 0.05～1.00 | 0.20～98.50 |
| *w*（La2O3/REO） | 0.20～57.00 | 0.10～5.00 | 60.00～98.50 | 0.10～5.00 |
| *w*（CeO2/REO） | 0.20～74.00 | 0.10～5.00 | 0.05～1.00 | 0.10～5.00 |
| *w*（Pr6O11/REO） | 0.20～83.00 | 0.2～5.00 | 0.10～1.00 | 0.20～5.00 |
| *w*（Nd2O3/REO） | 0.20～36.00 | 0.20～10.00 | 0.05～1.00 | 0.20～10.00 |
| *w*（Sm2O3/REO） | 0.20～10.00 | 0.10～5.00 | 0.20～20.00 | 0.10～5.00 |
| *w*（Eu2O3/REO） | 0.05～1.00 | 0.05～2.00 | 0.20～20.00 | 0.05～2.00 |
| *w*（Gd2O3/REO） | 0.05～1.00 | 0.20～98.50 | 0.05～1.00 | 0.10～5.00 |
| *w*（Tb4O7/REO） | 0.05～1.00 | 0.05～2.00 | 0.20～1.00 | 0.20～98.50 |
| *w*（Dy2O3/REO） | 0.20～10.00 | 0.20～98.50 | 0.05～1.00 | 0.05～2.00 |
| *w*（Ho2O3/REO） | 0.05～1.00 | 0.05～2.00 | 0.05～1.00 | 0.05～2.00 |
| *w*（Er2O3/REO） | 0.05～1.00 | 0.05～2.00 | 0.05～1.00 | 0.05～2.00 |
| *w*（Tm2O3/REO） | 0.05～1.00 | 0.05～2.00 | 0.20～20.00 | 0.05～2.00 |
| *w*（Yb2O3/REO） | 0.05～1.00 | 0.05～2.00 | 0.05～1.00 | 0.05～2.00 |
| *w*（Lu2O3/REO） | 0.20～10.00 | 0.10～5.00 | 0.05～1.00 | 0.20～98.50 |

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. X-射线荧光光谱法（方法1）

4.1　方法原理

试样经盐酸、硝酸和高氯酸分解后，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。

4.2　试剂或材料

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析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。

4.2.1　偏钒酸铵。

4.2.2　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。

4.2.3　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。

4.2.4　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。

4.2.5　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。

4.2.6　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。

4.2.7　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。

4.2.8　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。

4.2.9　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。

4.2.10　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。

4.2.11　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。

4.2.12　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。

4.2.13　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。

4.2.14　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。

4.2.15　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。

4.2.16　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。

4.2.17　盐酸（*ρ*1.19 g/mL）。

4.2.18　硝酸（*ρ*1.42 g/mL）。

4.2.19　高氯酸（*ρ*1.76 g/mL）。

4.2.20　过氧化氢（30%）。

4.2.21　盐酸（1+1）。

4.2.22　盐酸（1+19）。

4.2.23　氨水（1+1）。

4.2.24　草酸溶液（50 g/L）。

4.2.25　草酸洗液（2 g/L）。

4.2.26　精密pH试纸（0.5～5.0）。

4.2.27　甲酚红溶液（2 g/L），50%乙醇溶液。

4.2.28　钒内标溶液：称取15.435 6 g已于105 ℃烘1 h的偏钒酸铵（4.2.1）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（4.2.17），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1毫升含6.00 mg五氧化二钒。

4.2.29　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（4.2.2～4.2.16）于500 mL烧杯中，用水润湿，加入20 mL硝酸（4.2.18），分次加入1 mL过氧化氢（4.2.20），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（4.2.21），加热浓缩至1 mL，冷却后移入200 mL容量瓶中，用盐酸（4.2.22）稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL各含5 mg单一稀土氧化物。

4.2.30　镨钕合金火法冶炼回收料稀土标准贮存溶液：按照表3要求称取各稀土氧化物、移取混合稀土标准贮存溶液（4.2.29）分别置于6个100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（4.2.21），加入1 mL过氧化氢（4.2.20），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　镨钕合金火法冶炼回收料稀土标准贮存溶液配制称取量和移取体积

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 氧化钕  （4.2.6）/g | 氧化镨  （4.2.5）/g | 氧化镧  （4.2.3）/g | 氧化镝  （4.2.11）/g | 贮存溶液  （4.2.29）/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 |

4.2.31　镧铈合金火法冶炼回收料稀土标准贮存溶液：按照表4要求称取各稀土氧化物或移取混合稀土标准贮存溶液（4.2.29）分别置于6个100 mL烧杯中，加入10 mL水、10 mL硝酸（4.2.18），加入1 mL过氧化氢（4.2.20），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　镧铈合金火法冶炼回收料稀土标准贮存溶液配制称取量和移取体积

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 氧化镧（4.2.3）  /g | 氧化铈  （4.2.4）  /g | 氧化镨  （4.2.5）  /g | 氧化钕  （4.2.6）  /g | 氧化钐  （4.2.7）  /g | 氧化钆  （4.2.9）  /g | 氧化镝  （4.2.11）/g | 氧化钬  （4.2.12）/g | 贮存溶液  （4.2.29）/mL |
| 1 | 0.3500 | 0.6500 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 0.1720 | 0.7980 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.40 |
| 3 | 0.4300 | 0.4950 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 1.00 |
| 4 | 0.6600 | 0.1900 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 2.00 |
| 5 | 0.4700 | 0.2300 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 4.00 |
| 6 | 0.5500 | 0.1500 | 0.0500 | 0.0500 | 0.0500 | 0.0500 | 0.0500 | 0.0500 | 0 |

4.2.32　钆铁合金火法冶炼回收料稀土标准贮存溶液：按照表5要求称取各稀土氧化物或移取混合稀土标准贮存溶液（4.2.29）分别置于6个100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（4.2.21），加入1 mL过氧化氢（4.2.20），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　钆铁合金火法冶炼回收料稀土标准贮存溶液配制称取量和移取体积

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 氧化钆  （4.2.9）  /g | 氧化镧  （4.2.3）  /g | 氧化镨  （4.2.5）  /g | 氧化钕  （4.2.6）  /g | 氧化镝  （4.2.11）/g | 氧化钬  （4.2.12）/g | 贮存溶液  （4.2.29）/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 |

4.2.33　镝铁合金火法冶炼回收料土标准贮存溶液：按照表6要求称取各稀土氧化物或移取混合稀土标准贮存溶液（4.2.29）分别于6个100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（4.2.21），加入1 mL过氧化氢（4.2.20），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　镝铁合金火法冶炼回收料稀土标准贮存溶液配制称取量和移取体积

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 氧化铽  （4.2.10）/g | 氧化镧  （4.2.3）  /g | 氧化镨  （4.2.5）  /g | 氧化钕  （4.2.6）  /g | 氧化镝  （4.2.11）/g | 氧化钬  （4.2.12）/g | 贮存溶液  （4.2.29）/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 |

4.2.34　钬铁合金火法冶炼回收料稀土标准贮存溶液：按照表7要求称取各稀土氧化物或移取混合稀土标准贮存溶液（4.2.29）分别置于6个100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（4.2.21），加入1 mL过氧化氢（4.2.20），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　钬铁合金火法冶炼回收料稀土标准贮存溶液配制称取量和移取体积

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 氧化钕  （4.2.6）/g | 氧化镝  （4.2.11）/g | 氧化钬  （4.2.12）/g | 贮存溶液  （4.2.29）/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 |

4.2.35　镧热还原回收料稀土标准贮存溶液：按照表8要求称取各稀土氧化物或移取混合稀土标准贮存溶液（4.2.29）分别置于6个100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（4.2.21），加入1 mL过氧化氢（4.2.20），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8　镧热还原回收料稀土标准贮存溶液配制称取量和移取体积

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 氧化镧  （4.2.3）/g | 氧化钐  （4.2.7）/g | 氧化镱  （4.2.15）/g | 贮存溶液  （4.2.29）/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 |

4.2.36　滤纸：*φ*50 mm，快速定性或定量。

4.2.37　P10 氩-甲烷气体：10%甲烷+90%氩气。

4.3　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）。

4.4　样品

样品粒度应小于0.074 mm，预先在100 ℃~105 ℃烘2 h，置于干燥器中冷却至室温。

4.5　试验步骤

4.5.1　试料

按照表9称取样品（4.4），精确至0.1 g。

表9　称取量和移取体积

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 试料名称 | 称取量，g | 稀土氧化物总量质量分数，% | 分取体积 |
| 镨钕合金火法冶炼回收料、镧铈合金火法冶炼回收料、稀土铁合金火法冶炼回收料（镝铁、钬铁、钆铁） | 2.0 | 5.0～10.0 | 50 mL |
| 2.0 | >10.0～20.0 | 30 mL |
| 2.0 | >20.0～40.0 | 15 mL |
| 2.0 | >40.0～80.0 | 10 mL |
| 镧热合金火法冶炼回收料 | 4.0 | 30.0～50.0 | 10 mL |
| 4.0 | >50.0～90.0 | 5mL |

4.5.2　平行测定

平行做两份试验，取其平均值。

4.5.3　分析步骤

4.5.3.1　试料溶解

4.5.3.1.1　镨钕合金火法冶炼回收料、镧铈合金火法冶炼回收料、稀土铁合金火法冶炼回收料（镝铁、钬铁、钆铁）。

按表9称取试料于250 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入15 mL硝酸（4.2.18）、1 mL过氧化氢（4.2.20），低温加热10 min，加入10 mL高氯酸（4.2.19）冒烟至近干，冷却。含碳高的试料重复上述操作1～2次。加入5 mL盐酸（4.2.22），加热溶解盐类，冷却，加入100 mL水，混匀，干过滤。

4.5.3.1.2　镧热合金火法冶炼回收料溶解

按表9称取试料于500 mL烧杯中，加入20 mL盐酸（4.2.17）、1 mL过氧化氢（4.2.20），低温加热至清亮。冷却至室温，加入200 mL水，混匀，干滤。

4.5.3.2　稀土氧化物的制备

4.5.3.2.1　按照表9移取（4.5.3.1）于300 mL烧杯中，加入少许纸浆，用水稀释至100 mL，加热至近沸。加入近沸的50 mL草酸溶液（4.2.24），用氨水（4.2.23）、盐酸（4.2.21）和精密pH试纸（4.2.26）调节pH为2.0；或加4～6滴甲酚红溶液（4.2.27），用氨水（4.2.23）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。

4.5.3.2.2　用慢速定量滤纸过滤，用草酸洗液（4.2.25）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。

4.5.3.2.3　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，置于干燥器中备用。

4.5.3.3　试样样片的制备

4.5.3.3.1　将氧化稀土（4.5.3.3.3）或称取0.050 g～0.100 g本系列第一部分获得稀土氧化物置于100 mL烧杯中，加入5 mL盐酸（4.2.21），加入0.5 mL过氧化氢（4.2.20）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（4.2.28），溶解清亮，混匀。

4.5.3.3.2　移取0.30 mL试液（4.5.3.3.1），均匀滴在平铺于玻璃板上的滤纸片（4.2.36）上，放置15 min，在红外线灯下烘干，待测。

4.5.4　标准样片的制备

移取5.00 mL标准贮存溶液（4.2.30～4.2.35）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（4.2.28），溶解清亮，混匀。以下按（4.5.3.3.2）进行。各系列标准片配分值见表10～表15。

表10　镨钕合金火法冶炼回收料标准样片各稀土氧化物配分值

%

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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11　镧铈合金火法冶炼回收料标准样片各稀土氧化物配分值

%

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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 | 35.00 | 17.40 | 43.50 | 67.00 | 49.00 | 55.00 |
| CeO2/REO | 65.00 | 80.00 | 50.00 | 20.00 | 25.00 | 15.00 |
| Pr6O11/REO | 0.00 | 0.20 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 5.00 |
| Nd2O3/REO | 0.00 | 0.20 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 5.00 |
| Sm2O3/REO | 0.00 | 0.20 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 5.00 |
| 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 | 5.00 |
| 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 | 5.00 |
| 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12　钆铁合金火法冶炼回收料标准样片各稀土氧化物配分值

%

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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13　镝铁合金火法冶炼回收料标准样片各稀土氧化物配分值

%

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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14　钬铁合金火法冶炼回收料标准样片各稀土氧化物配分值

%

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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15　镧热还原回收料标准样片各稀土氧化物配分值

%

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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 |

4.5.5　测定

4.5.5.1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16。

表16　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 |

4.5.5.2　测定

将标准系列各稀土氧化物配分值输入计算机，按照分析条件（4.5.5.1）测定标准样片（4.5.4），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（4.5.3.3.2），由计算机计算校正输出各稀土元素质量分数。

4.6　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。

4.7　精密度

4.7.1　精密度原始数据及统计

精密度数据是在2022年，由7家实验室对6种稀土火法冶炼回收料中各稀土元素氧化物配分量的4个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对6种稀土火法冶炼回收料中各稀土元素氧化物配分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。

4.7.2　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17、18数据采用线性内插法或外延法求得。

表17　重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 镨钕火法冶炼回收料 | | 钆铁火法冶炼回收料 | | 镝铁火法冶炼回收料 | |
| 质量分数/% | 重复性限(r)/% | 质量分数/% | 重复性限(r)/% | 质量分数/% | 重复性限(r)/% |
| Y2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.341 | 0.0393 | 0.266 | 0.0395 | 0.273 | 0.0292 |
| 0.572 | 0.0521 | 0.519 | 0.0592 | 0.548 | 0.0451 |
| 1.102 | 0.0523 | 1.311 | 0.0837 | 1.253 | 0.0624 |
| La2O3/REO | 4.977 | 0.154 | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 2.709 | 0.102 | 0.312 | 0.0349 | 0.272 | 0.0302 |
| 3.000 | 0.0887 | 0.536 | 0.0472 | 0.520 | 0.0449 |
| 3.536 | 0.0435 | 1.302 | 0.0907 | 1.281 | 0.0821 |
| CeO2/REO | <0.2 | - | 0.265 | 0.0276 | <0.2 | - |
| 0.272 | 0.0265 | 0.393 | 0.0409 | 0.265 | 0.0342 |
| 0.533 | 0.0359 | 0.634 | 0.0547 | 0.517 | 0.0457 |
| 1.101 | 0.0518 | 1.435 | 0.0893 | 1.227 | 0.0824 |
| Pr6O11/REO | 17.528 | 0.331 | 0.320 | 0.0348 | 0.222 | 0.0318 |
| 20.581 | 0.280 | 0.418 | 0.0379 | 0.375 | 0.0530 |
| 24.780 | 0.381 | 0.660 | 0.0666 | 0.607 | 0.0535 |
| 13.641 | 0.320 | 1.389 | 0.0874 | 1.347 | 0.0745 |
| Nd2O3/REO | 72.840 | 0.593 | 1.296 | 0.100 | 0.583 | 0.0456 |
| 71.360 | 0.484 | 0.896 | 0.0740 | 0.538 | 0.0474 |
| 63.945 | 0.603 | 1.109 | 0.0989 | 0.770 | 0.0609 |
| 68.359 | 0.518 | 1.923 | 0.123 | 1.532 | 0.0948 |
| Sm2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.306 | 0.0384 | 0.354 | 0.0482 | 0.267 | 0.0358 |
| 0.526 | 0.0472 | 0.546 | 0.0616 | 0.481 | 0.0486 |
| 1.078 | 0.0638 | 1.347 | 0.0888 | 1.309 | 0.0867 |
| Eu2O3/REO | <0.2 | - | 0.211 | 0.0354 | <0.2 | - |
| 0.258 | 0.0302 | 0.355 | 0.0347 | 0.261 | 0.0319 |
| 0.519 | 0.0439 | 0.620 | 0.0546 | 0.504 | 0.0419 |
| 0.974 | 0.0474 | 1.339 | 0.0923 | 1.246 | 0.0618 |
| Gd2O3/REO | <0.2 | - | 96.485 | 0.281 | <0.2 | - |
| 0.265 | 0.0319 | 94.694 | 0.234 | 0.253 | 0.0365 |
| 0.502 | 0.0411 | 91.363 | 0.301 | 0.485 | 0.0423 |
| 1.043 | 0.0554 | 80.607 | 0.408 | 1.264 | 0.0550 |
| Tb4O7/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.259 | 0.0397 | 0.276 | 0.0342 | 0.267 | 0.0392 |
| 0.526 | 0.0528 | 0.506 | 0.0530 | 0.519 | 0.0532 |
| 1.081 | 0.0660 | 1.282 | 0.0834 | 1.314 | 0.0906 |
| Dy2O3/REO | 3.015 | 0.102 | 0.867 | 0.0539 | 98.615 | 0.411 |
| 1.777 | 0.0919 | 0.710 | 0.0538 | 95.746 | 0.299 |
| 2.018 | 0.0829 | 0.955 | 0.0548 | 92.323 | 0.322 |
| 2.583 | 0.0769 | 1.709 | 0.125 | 81.766 | 0.477 |
| Ho2O3/REO | 1.038 | 0.0806 | <0.2 | - | 0.320 | 0.0392 |
| 0.828 | 0.0447 | 0.278 | 0.0427 | 0.401 | 0.0504 |
| 1.036 | 0.0850 | 0.525 | 0.0560 | 0.669 | 0.0725 |
| 1.501 | 0.0688 | 1.291 | 0.113 | 1.442 | 0.0741 |
| Er2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.257 | 0.0393 | 0.244 | 0.0314 | 0.239 | 0.0343 |
| 0.513 | 0.0466 | 0.506 | 0.0536 | 0.545 | 0.0584 |
| 1.027 | 0.0637 | 1.271 | 0.115 | 1.291 | 0.0874 |
| Tm2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.240 | 0.0397 | 0.278 | 0.0275 | 0.260 | 0.0328 |
| 0.501 | 0.0512 | 0.526 | 0.0502 | 0.503 | 0.0459 |
| 0.983 | 0.0473 | 1.246 | 0.107 | 1.236 | 0.0670 |
| Yb2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.284 | 0.0402 | 0.264 | 0.0314 | 0.318 | 0.0479 |
| 0.520 | 0.0363 | 0.504 | 0.0436 | 0.543 | 0.0443 |
| 1.049 | 0.0456 | 1.252 | 0.0725 | 1.350 | 0.0622 |
| Lu2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.248 | 0.0317 | 0.284 | 0.0350 | 0.260 | 0.0437 |
| 0.514 | 0.0331 | 0.500 | 0.0387 | 0.509 | 0.0634 |
| 1.019 | 0.0683 | 1.267 | 0.114 | 1.313 | 0.0793 |

表18　重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 钬铁火法冶炼回收料 | | 镧热火法冶炼回收料 | | 镧铈火法冶炼回收料 | |
| 质量分数/% | 重复性限(r)/% | 质量分数/% | 重复性限(r)/% | 质量分数/% | 重复性限(r)/% |
| Y2O3/REO | 1.376 | 0.0626 | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.944 | 0.0532 | 0.264 | 0.0264 | 0.252 | 0.0168 |
| 1.232 | 0.0844 | 0.527 | 0.0488 | 0.514 | 0.0167 |
| 1.952 | 0.103 | 1.253 | 0.0870 | 1.039 | 0.0167 |
| La2O3/REO | 1.245 | 0.0555 | 82.111 | 0.616 | 53.468 | 0.220 |
| 0.886 | 0.0571 | 87.805 | 0.343 | 48.627 | 0.224 |
| 1.131 | 0.0708 | 84.202 | 0.369 | 60.305 | 0.226 |
| 1.852 | 0.0847 | 73.884 | 0.488 | 51.403 | 0.271 |
| CeO2/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | 46.267 | 0.226 |
| 0.249 | 0.0268 | 0.276 | 0.0326 | 48.057 | 0.339 |
| 0.514 | 0.0497 | 0.520 | 0.0346 | 33.062 | 0.184 |
| 1.259 | 0.0624 | 1.288 | 0.0637 | 35.395 | 0.192 |
| Pr6O11/REO | 1.851 | 0.118 | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 1.209 | 0.0692 | 0.255 | 0.0350 | 0.245 | 0.0186 |
| 1.464 | 0.103 | 0.536 | 0.0440 | 0.531 | 0.0254 |
| 2.177 | 0.0901 | 1.252 | 0.0661 | 1.036 | 0.0519 |
| Nd2O3/REO | 9.487 | 0.209 | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 5.161 | 0.168 | 0.259 | 0.0346 | 0.281 | 0.0245 |
| 5.200 | 0.156 | 0.512 | 0.0386 | 0.545 | 0.0374 |
| 5.940 | 0.175 | 1.272 | 0.0670 | 1.062 | 0.0712 |
| Sm2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.290 | 0.0407 | 0.267 | 0.0394 | 0.277 | 0.0384 |
| 0.499 | 0.0713 | 0.501 | 0.0546 | 0.501 | 0.0363 |
| 1.307 | 0.0727 | 1.324 | 0.0717 | 0.997 | 0.0492 |
| Eu2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.275 | 0.0276 | 0.256 | 0.0349 | 0.267 | 0.0200 |
| 0.539 | 0.0464 | 0.503 | 0.0389 | 0.506 | 0.0306 |
| 1.267 | 0.0770 | 1.215 | 0.0720 | 0.978 | 0.0305 |
| Gd2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.282 | 0.0290 | 0.260 | 0.0336 | 0.265 | 0.0319 |
| 0.518 | 0.0475 | 0.527 | 0.0408 | 0.502 | 0.0411 |
| 1.279 | 0.0669 | 1.228 | 0.0721 | 1.043 | 0.0554 |
| Tb4O7/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.336 | 0.0272 | 0.266 | 0.0314 | 0.248 | 0.0192 |
| 0.571 | 0.0494 | 0.539 | 0.0570 | 0.509 | 0.0269 |
| 1.423 | 0.0647 | 1.264 | 0.0540 | 0.986 | 0.0412 |
| Dy2O3/REO | 6.224 | 0.0700 | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 3.534 | 0.108 | 0.309 | 0.031 | 0.236 | 0.0188 |
| 3.788 | 0.186 | 0.603 | 0.0444 | 0.487 | 0.0254 |
| 4.725 | 0.128 | 1.237 | 0.0687 | 0.994 | 0.0377 |
| Ho2O3/REO | 78.742 | 0.380 | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 85.764 | 0.234 | 0.240 | 0.0325 | 0.251 | 0.0143 |
| 82.416 | 0.361 | 0.503 | 0.0468 | 0.496 | 0.0267 |
| 71.606 | 0.383 | 1.245 | 0.0859 | 1.037 | 0.0636 |
| Er2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.268 | 0.0294 | 0.265 | 0.0311 | 0.272 | 0.0256 |
| 0.521 | 0.0562 | 0.500 | 0.0567 | 0.503 | 0.0263 |
| 1.254 | 0.0671 | 1.221 | 0.0695 | 1.039 | 0.0569 |
| Tm2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.273 | 0.0272 | 0.260 | 0.0292 | 0.235 | 0.0192 |
| 0.519 | 0.0449 | 0.492 | 0.0426 | 0.503 | 0.0277 |
| 1.305 | 0.0669 | 1.255 | 0.0605 | 1.011 | 0.0556 |
| Yb2O3/REO | <0.2 | - | 17.398 | 0.359 | <0.2 | - |
| 0.364 | 0.0331 | 8.767 | 0.215 | 0.267 | 0.0226 |
| 0.582 | 0.0594 | 9.073 | 0.186 | 0.506 | 0.0348 |
| 1.357 | 0.0886 | 9.917 | 0.237 | 0.996 | 0.0549 |
| Lu2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.246 | 0.0392 | 0.244 | 0.0276 | 0.252 | 0.0213 |
| 0.498 | 0.0575 | 0.498 | 0.0473 | 0.493 | 0.0356 |
| 1.315 | 0.0957 | 1.239 | 0.0734 | 0.992 | 0.0354 |

4.7.3　再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表19、20数据采用线性内插法或外延法求得。

表19　再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 镨钕火法冶炼回收料 | | 钆铁火法冶炼回收料 | | 镝铁火法冶炼回收料 | |
| 质量分数/% | 再现性限(*R*)/% | 质量分数/% | 再现性限(*R*)/% | 质量分数/% | 再现性限(*R*)/% |
| Y2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.341 | 0.0559 | 0.266 | 0.0495 | 0.273 | 0.0443 |
| 0.572 | 0.0547 | 0.519 | 0.0747 | 0.548 | 0.0611 |
| 1.102 | 0.111 | 1.311 | 0.195 | 1.253 | 0.157 |
| La2O3/REO | 4.977 | 0.276 | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 2.709 | 0.242 | 0.312 | 0.0474 | 0.272 | 0.0464 |
| 3.000 | 0.131 | 0.536 | 0.0553 | 0.520 | 0.0963 |
| 3.536 | 0.219 | 1.302 | 0.143 | 1.281 | 0.0943 |
| CeO2/REO | <0.2 | - | 0.265 | 0.0425 | <0.2 | - |
| 0.272 | 0.0405 | 0.393 | 0.0469 | 0.265 | 0.0419 |
| 0.533 | 0.0522 | 0.634 | 0.0920 | 0.517 | 0.0598 |
| 1.101 | 0.180 | 1.435 | 0.141 | 1.227 | 0.141 |
| Pr6O11/REO | 17.528 | 0.650 | 0.320 | 0.0654 | 0.222 | 0.0353 |
| 20.581 | 0.414 | 0.418 | 0.0687 | 0.375 | 0.0626 |
| 24.780 | 0.718 | 0.660 | 0.0895 | 0.607 | 0.0838 |
| 13.641 | 0.594 | 1.389 | 0.132 | 1.347 | 0.190 |
| Nd2O3/REO | 72.840 | 0.852 | 1.296 | 0.197 | 0.583 | 0.0598 |
| 71.360 | 0.720 | 0.896 | 0.111 | 0.538 | 0.0921 |
| 63.945 | 0.877 | 1.109 | 0.149 | 0.770 | 0.0941 |
| 68.359 | 0.821 | 1.923 | 0.209 | 1.532 | 0.101 |
| Sm2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.306 | 0.0642 | 0.354 | 0.0482 | 0.267 | 0.0486 |
| 0.526 | 0.0790 | 0.546 | 0.0987 | 0.481 | 0.0790 |
| 1.078 | 0.0977 | 1.347 | 0.197 | 1.309 | 0.172 |
| Eu2O3/REO | <0.2 | - | 0.211 | 0.0503 | <0.2 | - |
| 0.258 | 0.0595 | 0.355 | 0.0654 | 0.261 | 0.0646 |
| 0.519 | 0.0492 | 0.620 | 0.0719 | 0.504 | 0.0645 |
| 0.974 | 0.0594 | 1.339 | 0.147 | 1.246 | 0.134 |
| Gd2O3/REO | <0.2 | - | 96.485 | 0.481 | <0.2 | - |
| 0.265 | 0.0517 | 94.694 | 0.399 | 0.253 | 0.0479 |
| 0.502 | 0.0925 | 91.363 | 0.428 | 0.485 | 0.0505 |
| 1.043 | 0.0867 | 80.607 | 0.466 | 1.264 | 0.126 |
| Tb4O7/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.259 | 0.0628 | 0.276 | 0.0425 | 0.267 | 0.0409 |
| 0.526 | 0.0740 | 0.506 | 0.0679 | 0.519 | 0.0814 |
| 1.081 | 0.126 | 1.282 | 0.169 | 1.314 | 0.206 |
| Dy2O3/REO | 3.015 | 0.152 | 0.867 | 0.0913 | 98.615 | 0.688 |
| 1.777 | 0.182 | 0.710 | 0.0829 | 95.746 | 0.426 |
| 2.018 | 0.134 | 0.955 | 0.0822 | 92.323 | 0.416 |
| 2.583 | 0.232 | 1.709 | 0.146 | 81.766 | 0.588 |
| Ho2O3/REO | 1.038 | 0.132 | <0.2 | - | 0.320 | 0.0415 |
| 0.828 | 0.0965 | 0.278 | 0.0491 | 0.401 | 0.0764 |
| 1.036 | 0.149 | 0.525 | 0.0600 | 0.669 | 0.0997 |
| 1.501 | 0.131 | 1.291 | 0.177 | 1.442 | 0.168 |
| Er2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.257 | 0.0483 | 0.244 | 0.0520 | 0.239 | 0.0433 |
| 0.513 | 0.0607 | 0.506 | 0.0647 | 0.545 | 0.0788 |
| 1.027 | 0.148 | 1.271 | 0.149 | 1.291 | 0.179 |
| Tm2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.240 | 0.0576 | 0.278 | 0.0612 | 0.260 | 0.0428 |
| 0.501 | 0.0796 | 0.526 | 0.0868 | 0.503 | 0.0822 |
| 0.983 | 0.0959 | 1.246 | 0.142 | 1.236 | 0.118 |
| Yb2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.284 | 0.0410 | 0.264 | 0.0508 | 0.318 | 0.0541 |
| 0.520 | 0.0467 | 0.504 | 0.0519 | 0.543 | 0.0819 |
| 1.049 | 0.119 | 1.252 | 0.0920 | 1.350 | 0.158 |
| Lu2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.248 | 0.0360 | 0.284 | 0.0530 | 0.260 | 0.0591 |
| 0.514 | 0.0535 | 0.500 | 0.0636 | 0.509 | 0.0749 |
| 1.019 | 0.0958 | 1.267 | 0.153 | 1.313 | 0.184 |

表20　再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 钬铁火法冶炼回收料 | | 镧热火法冶炼回收料 | | 镧铈火法冶炼回收料 | |
| 质量分数/% | 再现性限(*R*)/% | 质量分数/% | 再现性限(*R*)/% | 质量分数/% | 再现性限(*R*)/% |
| Y2O3/REO | 1.376 | 0.169 | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.944 | 0.0819 | 0.264 | 0.0425 | 0.252 | 0.0276 |
| 1.232 | 0.115 | 0.527 | 0.0773 | 0.514 | 0.0167 |
| 1.952 | 0.138 | 1.253 | 0.169 | 1.039 | 0.0167 |
| La2O3/REO | 1.245 | 0.107 | 82.111 | 0.865 | 53.468 | 0.255 |
| 0.886 | 0.0836 | 87.805 | 0.529 | 48.627 | 0.301 |
| 1.131 | 0.102 | 84.202 | 0.615 | 60.305 | 0.317 |
| 1.852 | 0.135 | 73.884 | 0.624 | 51.403 | 0.271 |
| CeO2/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | 46.267 | 0.249 |
| 0.249 | 0.0429 | 0.276 | 0.0578 | 48.057 | 0.456 |
| 0.514 | 0.0743 | 0.520 | 0.0579 | 33.062 | 0.309 |
| 1.259 | 0.170 | 1.288 | 0.138 | 35.395 | 0.249 |
| Pr6O11/REO | 1.851 | 0.206 | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 1.209 | 0.109 | 0.255 | 0.0546 | 0.245 | 0.0264 |
| 1.464 | 0.160 | 0.536 | 0.0822 | 0.531 | 0.0469 |
| 2.177 | 0.211 | 1.252 | 0.0971 | 1.036 | 0.0660 |
| Nd2O3/REO | 9.487 | 0.337 | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 5.161 | 0.209 | 0.259 | 0.0473 | 0.281 | 0.0306 |
| 5.200 | 0.342 | 0.512 | 0.0554 | 0.545 | 0.0520 |
| 5.940 | 0.329 | 1.272 | 0.184 | 1.062 | 0.113 |
| Sm2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.290 | 0.0509 | 0.267 | 0.0466 | 0.277 | 0.0642 |
| 0.499 | 0.0968 | 0.501 | 0.0588 | 0.501 | 0.0448 |
| 1.307 | 0.118 | 1.324 | 0.179 | 0.997 | 0.0695 |
| Eu2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.275 | 0.0276 | 0.256 | 0.0547 | 0.267 | 0.0364 |
| 0.539 | 0.0823 | 0.503 | 0.0734 | 0.506 | 0.0344 |
| 1.267 | 0.168 | 1.215 | 0.0720 | 0.978 | 0.0661 |
| Gd2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.282 | 0.0522 | 0.260 | 0.0488 | 0.265 | 0.0517 |
| 0.518 | 0.0538 | 0.527 | 0.0723 | 0.502 | 0.0925 |
| 1.279 | 0.0690 | 1.228 | 0.151 | 1.043 | 0.0867 |
| Tb4O7/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.336 | 0.0628 | 0.266 | 0.0540 | 0.248 | 0.0238 |
| 0.571 | 0.0532 | 0.539 | 0.0612 | 0.509 | 0.0376 |
| 1.423 | 0.141 | 1.264 | 0.0934 | 0.986 | 0.0517 |
| Dy2O3/REO | 6.224 | 0.369 | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 3.534 | 0.244 | 0.309 | 0.0583 | 0.236 | 0.0247 |
| 3.788 | 0.326 | 0.603 | 0.0584 | 0.487 | 0.0254 |
| 4.725 | 0.301 | 1.237 | 0.101 | 0.994 | 0.0377 |
| Ho2O3/REO | 78.742 | 0.693 | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 85.764 | 0.636 | 0.240 | 0.0438 | 0.251 | 0.0168 |
| 82.416 | 0.683 | 0.503 | 0.0631 | 0.496 | 0.0305 |
| 71.606 | 0.514 | 1.245 | 0.130 | 1.037 | 0.0829 |
| Er2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.268 | 0.0641 | 0.265 | 0.0520 | 0.272 | 0.0348 |
| 0.521 | 0.105 | 0.500 | 0.0691 | 0.503 | 0.0314 |
| 1.254 | 0.108 | 1.221 | 0.144 | 1.039 | 0.0821 |
| Tm2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.273 | 0.0568 | 0.260 | 0.0417 | 0.235 | 0.0334 |
| 0.519 | 0.0449 | 0.492 | 0.0846 | 0.503 | 0.0335 |
| 1.305 | 0.131 | 1.255 | 0.0881 | 1.011 | 0.0881 |
| Yb2O3/REO | <0.2 | - | 17.398 | 0.740 | <0.2 | - |
| 0.364 | 0.0722 | 8.767 | 0.347 | 0.267 | 0.0372 |
| 0.582 | 0.0988 | 9.073 | 0.383 | 0.506 | 0.0398 |
| 1.357 | 0.102 | 9.917 | 0.410 | 0.996 | 0.0816 |
| Lu2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.246 | 0.0456 | 0.244 | 0.0313 | 0.252 | 0.0486 |
| 0.498 | 0.0681 | 0.498 | 0.0627 | 0.493 | 0.0695 |
| 1.315 | 0.137 | 1.239 | 0.140 | 0.992 | 0.0354 |

5　电感耦合等离子体原子发射光谱法（方法2）

5.1　方法原理

试样经盐酸、硝酸和高氯酸分解后，在稀酸介质中，直接在等离子发射光谱仪上测定各稀土元素含量并计算其配分量。

5.2　试剂或材料

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析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。

5.2.1　无水氯化钙。

5.2.2　氧化镧*w*/REO>99.5%，La2O3/REO>99.99%，经950 ℃灼烧l h后在干燥器中冷却至室温。

5.2.3　氧化铈*w*/REO>99.5%，CeO2/REO>99.99%，经950 ℃灼烧l h后在干燥器中冷却至室温。

5.2.4　氧化镨*w*/REO>99.5%，Pr6O11/REO>99.99%，经950 ℃灼烧l h后在干燥器中冷却至室温。

5.2.5　氧化钕*w*/REO>99.5%，Nd2O3/REO>99.99%，经950 ℃灼烧l h后在干燥器中冷却至室温。

5.2.6　氧化钐*w*/REO>99.5%，Sm2O3/REO>99.99%，经950 ℃灼烧l h后在干燥器中冷却至室温。

5.2.7　氧化铕*w*/REO>99.5%，Eu2O3/REO>99.99%，经950 ℃灼烧l h后在干燥器中冷却至室温。

5.2.8　氧化钆*w*/REO>99.5%，Gd2O3/REO>99.99%，经950 ℃灼烧l h后在干燥器中冷却至室温。

5.2.9　氧化铽*w*/REO>99.5%，Tb4O7/REO>99.99%，经950 ℃灼烧l h后在干燥器中冷却至室温。

5.2.10　氧化镝*w*/REO>99.5%，Dy2O3/REO>99.99%，经950 ℃灼烧l h后在干燥器中冷却至室温。

5.2.11　氧化钬*w*/REO>99.5%，Ho2O3/REO>99.99%，经950 ℃灼烧l h后在干燥器中冷却至室温。

5.2.12　氧化铒*w*/REO>99.5%，Er2O3/REO>99.99%，经950 ℃灼烧l h后在干燥器中冷却至室温。

5.2.13　氧化铥*w*/REO>99.5%，Tm2O3/REO>99.99%，经950 ℃灼烧l h后在干燥器中冷却至室温。

5.2.14　氧化镱*w*/REO>99.5%，Yb2O3/REO>99.99%，经950 ℃灼烧l h后在干燥器中冷却至室温。

5.2.15　氧化镥*w*/REO>99.5%，Lu2O3/REO>99.99%，经950 ℃灼烧l h后在干燥器中冷却至室温。

5.2.16　氧化钇*w*/REO>99.5%，Y2O3/REO>99.99%，经950 ℃灼烧l h后在干燥器中冷却至室温。

5.2.17　盐酸（ρ1.19 g/mL）。

5.2.18　硝酸（ρ1.42 g/mL）。

5.2.19　高氯酸（ρ1.76 g/mL）。

5.2.20　过氧化氢（30%）。

5.2.21　盐酸（1+1）。

5.2.22　盐酸（1+19）。

5.2.23　氯化钙溶液A：称取44.39 g无水氯化钙（5.2.1）于200 mL中，加入100 mL水，2 mL盐酸（5.2.21），溶解清亮后移入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL各含80 mg钙。

5.2.24　氯化钙溶液B：称取4.439 g无水氯化钙（5.2.1）于200 mL中，加入100 mL水，2 mL盐酸（5.2.21），溶解清亮后移入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL各含8 mg钙。

5.2.25　氧化镧标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化镧（5.2.2），置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2.21），1 mL过氧化氢（5.2.20）低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1 mg氧化镧。

5.2.26　氧化铈标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化铈 （5.2.3），置于100 mL烧杯中，加入10 mL硝酸（5.2.18），2 mL过氧化氢（5.2.20），低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1 mg氧化铈。

5.2.27　氧化镨标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化镨（5.2.4），置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2.21），1 mL过氧化氢（5.2.20）低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1 mg氧化镨。

5.2.28　氧化钕标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化钕（5.2.5），置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2.21），1 mL过氧化氢（5.2.20）低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1 mg氧化钕。

5.2.29　氧化钐标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化钐（5.2.6），置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2.21），1 mL过氧化氢（5.2.20）低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1 mg氧化钐。

5.2.30　氧化铕标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化铕（5.2.7），置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2.21），1 mL过氧化氢（5.2.20）低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1 mg氧化铕。

5.2.31　氧化钆标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化钆（5.2.8），置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2.21），1 mL过氧化氢（5.2.20）低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1 mg氧化钆。

5.2.32　氧化铽标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化铽（5.2.9） ，置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2.21），1 mL过氧化氢（5.2.20）低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1 mg氧化铽。

5.2.33　氧化镝标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化镝（5.2.10），置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2.21），1 mL过氧化氢（5.2.20）低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1 mg氧化镝。

5.2.34　钬标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化钬（5.2.11），置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2.21），1 mL过氧化氢（5.2.20）低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1 mg氧化钬。

5.2.35　氧化铒标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化铒（5.2.12） ，置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2.21），1 mL过氧化氢（5.2.20）低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1 mg氧化铒。

5.2.36　铥标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化铥（5.2.13），置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2.21），1 mL过氧化氢（5.2.20）低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1 mg氧化铥。

5.2.37　氧化镱标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化镱（5.2.14），置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2.21），1 mL过氧化氢（5.2.20）低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1 mg氧化镱。

5.2.38　氧化镥标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化镥（5.2.15），置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2.21），1 mL过氧化氢（5.2.20）低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1 mg氧化镥。

5.2.39　氧化钇标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化钇（5.2.16），置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2.21），1 mL过氧化氢（5.2.20）低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1 mg氧化钇。

5.2.40　铁、锂、钙贮存溶液：称取0.249 7 g在105 ℃～110 ℃干燥至恒重的碳酸钙[w(CaCO3)≥99.99%]、0.143 0 g在105 ℃～110 ℃干燥至恒重的三氧化二铁[w(Fe2O3)≥99.99%]、0.133 0 g在105 ℃～110 ℃干燥至恒重的碳酸锂[w(Li2CO3)≥99.99%]于100 mL烧杯中，加少量水润湿，加50 mL盐酸（5.2.21）低温加热至溶解，取下冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钙、铁，1 mL含0.2 mg锂。

5.2.41　铝贮存溶液：称取0.200 0 g金属铝[w(Al)≥99.99%]置于200 mL烧杯中，加入20 mL水和2 g氢氧化钠，待其分解完全后用盐酸（5.2.21）慢慢中和至出现沉淀后过量20 mL，低温加热分解完全，冷却至室温，移入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铝。

5.2.42　钙热还原回收料系列标准贮存溶液：按照表21要求称取各稀土氧化物分别置于8个100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2.21），加入1 mL过氧化氢（5.2.20）于低温分解清亮，冷却后移入200 mL容量瓶中，按表22要求移取各单一稀土贮存溶液（5.2.25～5.2.39）于上述容量瓶中，用盐酸（5.2.22）稀释至刻度，混匀。

表21　钙热还原回收料系列标准贮存溶液配制称取量

单位为克

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 标液  编号 | Tb2O3  5.2.9 | Dy2O3  5.2.10 | Y2O3  5.2.16 |
| 1-Y | 0 | 0 | 0.3944 |
| 1-Tb | 0.3944 | 0 | 0 |
| 1-DY | 0 | 0.3944 | 0 |
| 2 | 0.0600 | 0.3272 | 0 |
| 3 | 0 | 0.1640 | 0.1760 |
| 4 | 0 | 0 | 0.3340 |
| 5 | 0.2796 | 0 | 0 |
| 6 | 0.1280 | 0.0600 | 0.0600 |

表22　钙热还原回收料标准贮存溶液移取体积

单位为毫升

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液  编号 | Y2O3  5.2.39 | La2O3  5.2.25 | CeO2  5.2.26 | Pr6O11  5.2.27 | Nd2O3  5.2.28 | Sm2O3  5.2.29 | Eu2O3  5.2.30 | Gd2O3  5.2.31 |
| 1-Y | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.80 | 0.40 | 0.20 | 0 |
| 1-Tb | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.80 | 0.40 | 0.20 | 0.80 |
| 1-DY | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.80 | 0.40 | 0.20 | 0.80 |
| 2 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 2.00 | 0.80 | 0.40 | 4.00 |
| 3 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 0 | 2.00 | 0.80 | 0 |
| 4 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 0 | 4.00 | 2.00 | 0 |
| 5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 4.00 | 0 |
| 6 | 0 | 0 | 0 | 0 | 4.00 | 0 |  | 0 |
| 标液  编号 | Tb4O7  5.2.32 | Dy2O3  5.2.33 | Ho2O3  5.2.34 | Er2O3  5.2.35 | Tm2O3  5.2.36 | Yb2O3  5.2.37 | Lu2O3  5.2.38 | / |
| 1-Y | 0.20 | 0.80 | 0.80 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | / |
| 1-Tb | 0.20 | 0 | 0.80 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | / |
| 1-DY | 0.20 | 0.80 | 0 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | / |
| 2 | 0.80 | 0 | 0 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | / |
| 3 | 2.00 | 0 | 4.00 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | / |
| 4 | 4.00 | 4.00 | 0 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | / |
| 5 | 0.40 | 0 | 0 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | / |
| 6 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |

5.2.43　镧铈、镨钕合金火法回收料系列标准贮存溶液：按照表23要求称取各稀土氧化物分别置于6个100 mL烧杯中，加入10 mL硝酸（5.2.18），2 mL过氧化氢（5.2.20），低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入200 mL容量瓶中，按表24要求移取各单一稀土贮存溶液（5.2.25～5.2.39）于上述容量瓶中，用盐酸（5.2.22）稀释至刻度，混匀。

表23　镧铈、镨钕合金火法回收料标准贮存溶液配制称取量

单位为克

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液  编号 | La2O3  5.2.2 | CeO2  5.2.3 | Pr6O11  5.2.4 | Nd2O3  5.2.5 |
| 1 | 0 | 0 | 0.0600 | 0.3344 |
| 2 | 0.1200 | 0.2672 | 0 | 0 |
| 3 | 0.0680 | 0.0800 | 0.1096 | 0.1200 |
| 4 | 0 | 0 | 0.1472 | 0 |
| 5 | 0.2280 | 0 | 0 | 0 |
| 6 | 0 | 0.2980 | 0 | 0 |

表24　镧铈、镨钕合金火法回收料标准贮存溶液移取体积

单位为毫升

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液  编号 | Y2O3  5.2.39 | La2O3  5.2.25 | CeO2  5.2.26 | Pr6O11  5.2.27 | Nd2O3  5.2.28 | Sm2O3  5.2.29 | Eu2O3  5.2.30 | Gd2O3  5.2.31 |
| 1 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 0 | 0 | 0.80 | 0.00 | 0.80 |
| 2 | 2.00 | 0.00 | 0 | 0.80 | 0.80 | 2.00 | 0.20 | 2.00 |
| 3 | 4.00 | 0.00 | 0 | 0 | 0 | 4.00 | 0.40 | 4.00 |
| 4 | 0 | 4.00 | 4.00 | 0 | 0 | 0 | 0.80 | 0 |
| 5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 2.00 | 0 |
| 6 | 0 | 0 | 0 | 4.00 | 4.00 | 0 | 4.00 | 0 |
| 标液  编号 | Tb4O7  5.2.32 | Dy2O3  5.2.33 | Ho2O3  5.2.34 | Er2O3  5.2.35 | Tm2O3  5.2.36 | Yb2O3  5.2.37 | Lu2O3  5.2.38 | / |
| 1 | 0 | 0.80 | 0.80 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| 2 | 0.20 | 2.00 | 2.00 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | / |
| 3 | 0.40 | 4.00 | 4.00 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | / |
| 4 | 0.80 | 0.00 | 0.00 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | / |
| 5 | 2.00 | 0.00 | 0.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | / |
| 6 | 4.00 | 0.00 | 0.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | / |

5.2.44　稀土铁合金火法回收料系列标准贮存溶液：按照表25要求称取各稀土氧化物分别置于8个100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2.21），加入1 mL过氧化氢（5.2.20），于低温分解清亮，冷却后移入200 mL容量瓶中，按表26要求移取各单一稀土贮存溶液（5.2.25～5.2.39）于上述容量瓶中，用盐酸（5.2.22）稀释至刻度，混匀。

表25　稀土铁合金火法回收料标准贮存溶液配制称取量

单位为克

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 标液  编号 | Gd2O3  5.2.8 | Dy2O3  5.2.10 | Ho2O3  5.2.11 |
| 1-Gd | 0.3944 | 0 | 0 |
| 1-Dy | 0 | 0.3944 | 0 |
| 1-Ho | 0 | 0 | 0.3944 |
| 2 | 0 | 0.3272 | 0.0600 |
| 3 | 0.1760 | 0.1640 | 0 |
| 4 | 0.3340 | 0 | 0 |
| 5 | 0 | 0 | 0.2796 |
| 6 | 0.0600 | 0.0600 | 0.1280 |

表26　稀土铁合金火法回收料标准贮存溶液移取体积

单位为毫升

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液  编号 | Y2O3  5.2.39 | La2O3  5.2.25 | CeO2  5.2.26 | Pr6O11  5.2.27 | Nd2O3  5.2.28 | Sm2O3  5.2.29 | Eu2O3  5.2.30 | Gd2O3  5.2.31 |
| 1-Gd | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.80 | 0.40 | 0.20 | 0 |
| 1-Dy | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.80 | 0.40 | 0.20 | 0.80 |
| 1-Ho | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.80 | 0.40 | 0.20 | 0.80 |
| 2 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 2.00 | 0.80 | 0.40 | 4.00 |
| 3 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 0 | 2.00 | 0.80 | 0 |
| 4 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 0 | 4.00 | 2.00 | 0 |
| 5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 4.00 | 0 |
| 6 | 0 | 0 | 0 | 0 | 4.00 | 0 | 0 | 0 |
| 标液  编号 | Tb4O7  5.2.32 | Dy2O3  5.2.33 | Ho2O3  5.2.34 | Er2O3  5.2.35 | Tm2O3  5.2.36 | Yb2O3  5.2.37 | Lu2O3  5.2.38 | / |
| 1-Gd | 0.20 | 0.80 | 0.80 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | / |
| 1-Dy | 0.20 | 0 | 0.80 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | / |
| 1-Ho | 0.20 | 0.80 | 0 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | / |
| 2 | 0.80 | 0 | 0 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | / |
| 3 | 2.00 | 0 | 4.00 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | / |
| 4 | 4.00 | 4.00 | 0 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | / |
| 5 | 0.40 | 0 | 0 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | / |
| 6 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |

5.2.45　镧热还原火法回收料系列标准贮存溶液：按照表27要求称取各稀土氧化物分别置于6个100 mL烧杯中，加入10 mL硝酸（5.2.18），2 mL过氧化氢（5.2.20），低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入200 mL容量瓶中，按表28要求移取各单一稀土贮存溶液（5.2.25～5.2.39）于上述容量瓶中，用盐酸（5.2.22）稀释至刻度，混匀。

表27　镧热还原火法回收料标准贮存溶液配制称取量

单位为克

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液  编号 | La2O3  5.2.2 | Sm2O3  5.2.6 | Eu2O3  5.2.7 | Yb2O3  5.2.14 |
| 1 | 0.3944 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 0.3888 | 0 | 0 | 0 |
| 3 | 0.3720 | 0 | 0 | 0 |
| 4 | 0.3440 | 0 | 0 | 0 |
| 5 | 0.2578 | 0 | 0.1000 | 0 |
| 6 | 0.1560 | 0.1000 | 0 | 0.1000 |

表28　镧热还原火法回收料标准贮存溶液移取体积

单位为毫升

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液  编号 | Y2O3  5.2.39 | La2O3  5.2.25 | CeO2  5.2.26 | Pr6O11  5.2.27 | Nd2O3  5.2.28 | Sm2O3  5.2.29 | Eu2O3  5.2.30 | Gd2O3  5.2.31 |
| 1 | 0.40 | 0.00 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 |
| 2 | 0.80 | 0.00 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 0.80 |
| 3 | 2.00 | 0.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 |
| 4 | 4.00 | 0.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 |
| 5 | 0.20 | 0.00 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0 | 0 | 0.20 |
| 标液  编号 | Tb4O7  5.2.32 | Dy2O3  5.2.33 | Ho2O3  5.2.34 | Er2O3  5.2.35 | Tm2O3  5.2.36 | Yb2O3  5.2.37 | Lu2O3  5.2.38 | / |
| 1 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | / |
| 2 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | / |
| 3 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | / |
| 4 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | 4.00 | / |
| 5 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0 | 0.20 | / |

5.2.46　氩气　体积分数大于99.99%。

5.3　仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪，波长范围200 nm～800 nm。

在仪器正常工作状态下，凡达到下列指标均可使用：

——分辨率：小于0.006 nm（200 nm处）；

——重复性：用1.00 mg/L的铜标准溶液，连续10次测量标准溶液，计算10次测量值的相对

标准偏差小于1.5%；

——稳定性：用1.00 mg/L的铜标准溶液，在不少于2 h内，间隔15 min以上，重复6次测

量标准溶液，计算6次测量值的相对标准偏差小于2.0%；

5.4　样品

样品粒度应小于0.074 mm，预先在100 ℃~105 ℃烘2 h，置于干燥器中冷却至室温。

5.5　试验步骤

5.5.1　试料

按照表29称取样品（5.4），精确至0.1 g。

表29　称取量

单位为克

|  |  |
| --- | --- |
| 试料名称 | 称取量 |
| 镨钕合金火法冶炼回收料、镧铈合金火法冶炼回收料、稀土铁合金火法冶炼回收料（镝铁、钬铁、钆铁） | 2.0 |
| 镧热还原回收料 | 4.0 |
| 钙热还原回收料 | 1.0 |

5.5.2　平行测定

平行做两份试验，取其平均值。

5.5.3　空白试验

随同试料做空白试验。

5.5.4　分析试液的配制

5.5.4.1　镨钕合金火法冶炼回收料、镧铈合金火法冶炼回收料、稀土铁合金火法冶炼回收料（镝铁、钬铁、钆铁）：按照表29称取试料（5.5.1）于250 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入15 mL硝酸（5.2.18）、5 mL盐酸（5.2.17）、1 mL过氧化氢（5.2.20），低温加热10 min，加入10 mL高氯酸（5.2.19），冒烟至体积2 mL，冷却，加入5 mL高氯酸（5.2.19），冒烟至体积2mL。加入10 mL盐酸（5.2.21），加热溶解盐类，冷却，用中速滤纸过滤于100 mL容量瓶中，用盐酸（5.2.22）洗涤3遍，用水稀释至刻度，混匀。

5.5.4.2　镧热还原回收料溶解：按照表29称取试料（5.5.1）于250 mL中，加入20 mL盐酸（5.2.17）、1mL过氧化氢（5.2.20），低温加热至清亮。冷却至室温，用中速滤纸过滤于100 mL容量瓶中，用盐酸（5.2.22）洗涤3遍，用水稀释至刻度，混匀。

5.5.4.3　钙热还原回收料溶解：按照表29称取试料（5.5.1）于250 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入10 mL硝酸（5.2.18）、3 mL盐酸（5.2.17）、1 mL过氧化氢（5.2.20），低温加热10 min，加入15 mL高氯酸（5.2.19），冒烟至体积2 mL，加入5 mL盐酸（5.2.21），加热溶解盐类，冷却，移入50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。当稀土氧化物总浓度为不大于0.2 mg/mL，待测。

5.5.5.4　镨钕合金火法冶炼回收料、镧铈合金火法冶炼回收料、稀土铁合金火法冶炼回收料（镝铁、钬铁、钆铁）、镧热还原回收料分析试液制备：移取适量试液（5.5.4.1）、（5.5.4.1）于经烘干的50 mL烧杯中，用盐酸（5.2.22）稀释至稀土氧化物总浓度为0.2 mg/mL混匀，待测。

5.5.5.5　钙热还原回收料分析试液制备：当试液（5.5.4.3）稀土氧化物总浓度大于0.2mg/mL时移取适量试液（5.5.4.3））于经烘干的50 mL烧杯中，用氯化钙溶液B（5.2.24）稀释至稀土氧化物总浓度为0.2 mg/mL混匀，待测。

5.5.5　系列标准溶液的配制

按照表30～表33移取混合稀土标准贮存溶液（5.2.42～5.2.45）、各单一稀土标准贮存溶液（5.2.25～5.2.39）、氯化钙溶液A（5.2.23）、铁、锂、钙贮存溶液（5.2.40）、铝贮存溶液（5.2.41）于200 mL容量瓶中，用盐酸（5.2.22）稀释至刻度，混匀。各系列标准各稀土氧化物浓度见表34～表37。

表30　钙热还原火法回收料标准贮存溶液移取体积

单位为毫升

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液  编号 | Y2O3  5.2.39 | La2O3  5.2.25 | CeO2  5.2.26 | Pr6O11  5.2.27 | Nd2O3  5.2.28 | Sm2O3  5.2.29 | Eu2O3  5.2.30 | Gd2O3  5.2.31 | | Tb4O7  5.2.32 |
| 1-Y | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | | 0 |
| 1-Tb | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | | 0 |
| 1-Dy | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | | 0 |
| 2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | | 0 |
| 3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 4.00 | 0 | 0 | 0 | |  |
| 4 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.80 | 0 | 0 | 0 | | 2.00 |
| 5 | 2.00 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 2.00 | 0.80 |  | 0.80 | |  |
| 6 |  | 2.00 | 2.00 | 2.00 |  | 2.00 | 0.80 | 2.00 | |  |
| 标液  编号 | Dy2O3  5.2.33 | Ho2O3  5.2.34 | Er2O3  5.2.35 | Tm2O3  5.2.36 | Yb2O3  5.2.37 | Lu2O3  5.2.38 | 标准贮存溶液  5.2.42 | | 非稀土溶液  5.2.23 | |
| 1-Y | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 20.00 | |
| 1-Tb | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 20.00 | |
| 1-Dy | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 20.00 | |
| 2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 20.00 | |
| 3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 20.00 | |
| 4 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 20.00 | |
| 5 | 2.00 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 20.00 | |
| 6 | 0 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 20.00 | | 20.00 | |

表31　镧铈、镨钕合金火法冶炼回收料标准贮存溶液移取体积

单位为毫升

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液  编号 | Y2O3  5.2.39 | La2O3  5.2.25 | CeO2  5.2.26 | Pr6O11  5.2.27 | Nd2O3  5.2.28 | Sm2O3  5.2.29 | Eu2O3  5.2.30 | Gd2O3  5.2.31 | | Tb4O7  5.2.32 |
| 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | | 0 |
| 2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | | 0 |
| 3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | | 0 |
| 4 | 4.00 | 0 | 0 | 0 | 4.00 | 4.00 | 0 | 4.00 | | 0 |
| 5 | 2.00 | 0 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 0 | 2.00 | | 0 |
| 6 | 1.00 | 2.00 | 0 | 0 | 0 | 1.00 | 0 | 1.00 | | 0 |
| 标液  编号 | Dy2O3  5.2.33 | Ho2O3  5.2.34 | Er2O3  5.2.35 | Tm2O3  5.2.36 | Yb2O3  5.2.37 | Lu2O3  5.2.38 | 标准贮存溶液  5.2.43 | | 非稀土溶液  5.2.40 | |
| 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 5.00 | |
| 2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 5.00 | |
| 3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 5.00 | |
| 4 | 4.00 | 4.00 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 5.00 | |
| 5 | 2.00 | 2.00 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 5.00 | |
| 6 | 1.00 | 1.00 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 5.00 | |

表32　稀土铁合金火法冶炼回收料标准贮存溶液移取体积

单位为毫升

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液  编号 | Y2O3  5.2.39 | La2O3  5.2.25 | CeO2  5.2.26 | Pr6O11  5.2.27 | Nd2O3  5.2.28 | Sm2O3  5.2.29 | Eu2O3  5.2.30 | Gd2O3  5.2.31 | | Tb4O7  5.2.32 |
| 1-Gd | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | | 0 |
| 1-Dy | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | | 0 |
| 1-Ho | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | | 0 |
| 2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | | 0 |
| 3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 4.00 | 0 | 0 | 0 | | 0 |
| 4 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.80 | 0 | 0 | 0 | | 0 |
| 5 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 2.00 | 0.80 | 0.00 | 2.00 | | 0 |
| 6 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 | 0 | 2.00 | 0.80 | 0 | | 0.80 |
| 标液  编号 | Dy2O3  5.2.33 | Ho2O3  5.2.34 | Er2O3  5.2.35 | Tm2O3  5.2.36 | Yb2O3  5.2.37 | Lu2O3  5.2.38 | 标准贮存溶液  5.3.44 | | 非稀土溶液  5.2.40 | |
| 1-Gd | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 10.00 | |
| 1-Dy | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 10.00 | |
| 1-Ho | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 10.00 | |
| 2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 10.00 | |
| 3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 10.00 | |
| 4 |  | 2.00 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 10.00 | |
| 5 | 2.00 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 10.00 | |
| 6 | 0 | 0 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 0.80 | 20.00 | | 10.00 | |

表33　镧热还原火法回收料标准贮存溶液移取体积

单位为毫升

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液  编号 | Y2O3  5.2.39 | La2O3  5.2.25 | CeO2  5.2.26 | Pr6O11  5.2.27 | Nd2O3  5.2.28 | Sm2O3  5.2.29 | Eu2O3  5.2.30 | Gd2O3  5.2.31 | | Tb4O7  5.2.32 |
| 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | | 0 |
| 2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | | 0 |
| 3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | | 0 |
| 4 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | | 0 |
| 5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 2.00 | 0 | 0 | | 0 |
| 6 | 0.80 | 0 | 0 | 0.80 | 0.80 | 0 | 2.00 | 0 | | 0 |
| 标液  编号 | Dy2O3  5.2.33 | Ho2O3  5.2.34 | Er2O3  5.2.35 | Tm2O3  5.2.36 | Yb2O3  5.2.37 | Lu2O3  5.2.38 | 标准贮存溶液  5.2.45 | | 非稀土溶液  5.2.41 | |
| 1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 2.00 | |
| 2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 2.00 | |
| 3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 2.00 | |
| 4 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 2.00 | |
| 5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 2.00 | 0 | 20.00 | | 2.00 | |
| 6 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.00 | | 2.00 | |

表34　钙热还原火法回收料系列标准各稀土氧化物浓度

单位为微克每毫升

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准序号 | 1-Y | 1-Tb | 1-DY | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Y2O3 | 197.20 | 0.40 | 0.40 | 2.00 | 88.00 | 167.00 | 10.00 | 30.00 |
| La2O3 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 | 10.00 |
| CeO2 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 | 10.00 |
| Pr6O11 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 | 10.00 |
| Nd2O3 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 1.00 | 20.00 | 4.00 | 10.00 | 2.00 |
| Sm2O3 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 | 10.00 |
| Eu2O3 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 |
| Gd2O3 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 | 10.00 |
| Tb4O7 | 0.40 | 0.40 | 197.20 | 30.00 | 2.00 | 10.00 | 139.80 | 64.00 |
| Dy2O3 | 0.40 | 197.20 | 0.40 | 163.60 | 82.00 | 2.00 | 10.00 | 30.00 |
| Ho2O3 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 0.20 | 4.00 |
| Er2O3 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 |
| Tm2O3 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 |
| Yb2O3 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 |
| Lu2O3 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 |

表35　镧铈、镨钕合金火法回收料系列标准各稀土氧化物浓度

单位为微克每毫升

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准序号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Y2O3 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 20.00 | 10.00 | 5.00 |
| La2O3 | 0.40 | 60.00 | 34.00 | 2.00 | 114.00 | 10.00 |
| CeO2 | 0.40 | 133.60 | 40.00 | 2.00 | 10.00 | 149.00 |
| Pr6O11 | 30.00 | 0.40 | 54.80 | 73.60 | 10.00 | 2.00 |
| Nd2O3 | 167.20 | 0.40 | 60.00 | 20.00 | 10.00 | 2.00 |
| Sm2O3 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 20.00 | 10.00 | 5.00 |
| Eu2O3 | 0.00 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 |
| Gd2O3 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 20.00 | 10.00 | 5.00 |
| Tb4O7 | 0.00 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 |
| Dy2O3 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 20.00 | 10.00 | 5.00 |
| Ho2O3 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 20.00 | 10.00 | 5.00 |
| Er2O3 | 0.00 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 |
| Tm2O3 | 0.00 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 |
| Yb2O3 | 0.00 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 |
| Lu2O3 | 0.00 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 |

表36　稀土铁合金火法回收料系列标准各稀土氧化物浓度

单位为微克每毫升

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准序号 | 1-Gd | 1-Ho | 1-Dy | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Y2O3 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 | 10.00 |
| La2O3 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 | 10.00 |
| CeO2 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 | 10.00 |
| Pr6O11 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 | 10.00 |
| Nd2O3 | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 1.00 | 20.00 | 4.00 | 10.00 | 2.00 |
| Sm2O3 | 0.20 | 0.20 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 | 10.00 |
| Eu2O3 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 |
| Gd2O3 | 197.20 | 0.40 | 0.40 | 2.00 | 88.00 | 167.00 | 10.00 | 30.00 |
| Tb4O7 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 0.20 | 4.00 |
| Dy2O3 | 0.40 | 197.20 | 0.40 | 163.60 | 82.00 | 2.00 | 10.00 | 30.00 |
| Ho2O3 | 0.40 | 0.40 | 197.20 | 30.00 | 2.00 | 10.00 | 139.80 | 64.00 |
| Er2O3 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 |
| Tm2O3 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 |
| Yb2O3 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 |
| Lu2O3 | 0.10 | 0.10 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 4.00 |

表37　镧热还原火法回收料系列标准各稀土氧化物浓度

单位为微克每毫升

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准序号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Y2O3 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 0.10 | 4.00 |
| La2O3 | 197.20 | 194.40 | 186.00 | 172.00 | 128.90 | 78.00 |
| CeO2 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 0.10 | 0.00 |
| Pr6O11 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 0.10 | 4.00 |
| Nd2O3 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 0.10 | 4.00 |
| Sm2O3 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 10.00 | 50.00 |
| Eu2O3 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 50.00 | 10.00 |
| Gd2O3 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 0.10 | 0.00 |
| Tb4O7 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 0.10 | 0.00 |
| Dy2O3 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 0.10 | 0.00 |
| Ho2O3 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 0.10 | 0.00 |
| Er2O3 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 0.10 | 0.00 |
| Tm2O3 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 0.10 | 0.00 |
| Yb2O3 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 10.00 | 50.00 |
| Lu2O3 | 0.20 | 0.40 | 1.00 | 2.00 | 0.10 | 0.00 |

5.6　测定

5.6.1　推荐分析线见表38。

表38　分析谱线波长

单位为纳米

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定元素 | 镧铈、镨钕合金 | 稀土铁合金 | 钙热还原 | 镧热还原 |
| La | 333.749 | 333.749,408.672 | 333.749 | 333.749 |
| Ce | 418.660，413.765 | 418.660,413.380 | 413.765 | 413.765 |
| Pr | 418.948,422.535 | 410.072,417.939  422.293 | 410.072 | 440.884 |
| Nd | 401.225,445.157 | 401.225，410.946 | 401.225 | 401.225 |
| Sm | 442.434 | 442.434 | 442.434 | 442.434 |
| Eu | 272.778 | 381.965 | 272.778 | 381.965 |
| Gd | 310.050 | 310.050 | 310.050 | 376.840 |
| Tb | 332.440 | 384.873 | 332.440 | 332.440 |
| Dy | 340.780 | 353.170,394.469 | 353.170,340.780 | 353.170 |
| Ho | 341.646 | 381.073，345.600 | 341.646 | 345.600 |
| Er | 326.478 | 369.265 | 326.478 | 369.265 |
| Tm | 313.126 | 313.126 | 313.126 | 313.126 |
| Yb | 289.138 | 289.138,369.420 | 289.138 | 289.138 |
| Lu | 261.542 | 261.542 | 261.542 | 261.542 |
| Y | 324.228 | 371.029 | 324.228 | 371.029 |

5.6.2　系列标准溶液工作曲线的绘制

依次测定系列标准溶液（5.5.5）中待测元素的强度，进行工作曲线绘制，各元素工作曲线相关系数应在0.999以上，否则需重新进行校准。

5.6.3　分析试液的测定

在工作曲线（5.6.2）符合测定的要求后，测定分析试液（5.5.4.3）、（5.5.4.4）、（5.5.4.5）中待测元素的强度,仪器根据工作曲线（5.6.2）自动计算待测元素的质量浓度。

5.7　试验数据处理

稀土总量以各单一稀土氧化物和量的质量分数*w*（REO）计，数值以%表示，按下式计算：

………………………………（1）

式中：

*ρ*1——分析试液（5.5.4.3）（5.5.4.4）、（5.5.4.5）中待测稀土元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ*0——空白试液（5.5.3）中待测稀土元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）。

计算结果保留小数点后2位有效数字。数值修约按照GB/T 8170规定执行。

5.8　精密度

5.8.1　精密度原始数据及统计

精密度数据是在2022年，由7家实验室对4种稀土火法冶炼回收料中各稀土元素氧化物配分量的4～6个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对4种稀土火法冶炼回收料中各稀土元素氧化物配分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。

5.8.2　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39、40数据采用线性内插法或外延法求得。

表39　重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 镧铈、镨钕火法冶炼回收料 | | 稀土铁合金火法冶炼回收料 | |
| 质量分数/% | 重复性限(*r*)/% | 质量分数/% | 重复性限(*r*/% |
| Y2O3/REO | <0.2 | - | <0.1 | - |
| <0.2 | - | <0.1 | - |
| 5.083 | 0.176 | 1.329 | 0.0722 |
| 1.462 | 0.0784 | 0.163 | 0.0157 |
| 3.030 | 0.152 | 0.310 | 0.0192 |
| - | - | 1.053 | 0.108 |
| La2O3/REO | 53.602 | 0.437 | <0.1 | - |
| 5.032 | 0.153 | <0.1 | - |
| 0.682 | 0.0504 | 1.248 | 0.0696 |
| 17.401 | 0.329 | 0.163 | 0.0123 |
| 36.894 | 0.390 | 0.300 | 0.0279 |
| - | - | 1.067 | 0.109 |
| CeO2/REO | 46.204 | 0.429 | 0.201 | 0.0243 |
| <0.2 | - | <0.1 | - |
| 0.619 | 0.0356 | <0.1 | - |
| 70.488 | 0.468 | 0.153 | 0.0145 |
| 12.709 | 0.227 | 0.313 | 0.0240 |
| - | - | 1.065 | 0.0943 |
| Pr6O11/REO | <0.2 | - | 0.241 | 0.0262 |
| 17.613 | 0.276 | <0.2 | - |
| 25.741 | 0.456 | 0.757 | 0.104 |
| 0.853 | 0.0661 | <0.2 | - |
| 16.143 | 0.206 | 0.298 | 0.0247 |
| - | - | 1.083 | 0.127 |
| Nd2O3/REO | <0.2 | - | 1.327 | 0.0862 |
| 72.743 | 0.335 | 0.523 | 0.0320 |
| 46.747 | 0.437 | 9.488 | 0.247 |
| 0.644 | 0.0621 | 0.353 | 0.0310 |
| 17.211 | 0.0793 | 5.068 | 0.219 |
| - | - | 2.571 | 0.153 |
| Sm2O3/REO | <0.2 | - | <0.1 | - |
| <0.2 | - | <0.1 | - |
| 5.114 | 0.181 | <0.1 | - |
| 1.554 | 0.0991 | 0.154 | 0.0145 |
| 3.031 | 0.128 | 0.293 | 0.0206 |
| - | - | 1.084 | 0.127 |
| Eu2O3/REO | <0.05 | - | 0.228 | 0.0166 |
| <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.102 | 0.0105 | <0.05 | - |
| 0.525 | 0.0323 | 0.0775 | 0.00859 |
| 0.302 | 0.0227 | 0.127 | 0.0137 |
| - | - | 0.537 | 0.0291 |
| Gd2O3/REO | <0.05 | - | 96.862 | 0.166 |
| <0.05 | - | <0.2 | - |
| 5.132 | 0.206 | <0.2 | - |
| 1.529 | 0.0815 | 49.580 | 0.445 |
| 3.051 | 0.146 | 21.901 | 0.311 |
| - | - | 2.710 | 0.160 |
| Tb4O7/REO | <0.2 | - | <0.05 | - |
| <0.2 | - | 0.0829 | 0.0127 |
| 0.114 | 0.0152 | 0.178 | 0.0242 |
| 0.514 | 0.0355 | 0.110 | 0.0123 |
| 0.301 | 0.0204 | 0.280 | 0.0284 |
| - | - | 0.0757 | 0.0154 |
| Dy2O3/REO | <0.2 | - | 0.830 | 0.0416 |
| <0.2 | - | 98.615 | 0.0870 |
| 5.100 | 0.228 | 6.404 | 0.186 |
| 1.504 | 0.105 | 41.169 | 0.386 |
| 3.024 | 0.188 | 69.964 | 0.362 |
| - | - | 2.662 | 0.180 |
| Ho2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 3.021 | 0.177 | 0.307 | 0.0258 |
| 5.100 | 0.228 | 79.150 | 0.290 |
| 1.504 | 0.105 | 7.604 | 0.238 |
| 3.024 | 0.188 | 0.623 | 0.0373 |
| - | - | 83.900 | 0.470 |
| Er2O3/REO | <0.05 | - | <0.05 | - |
| <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.108 | 0.0132 | <0.05 | - |
| 0.514 | 0.0308 | 0.0817 | 0.00880 |
| 0.298 | 0.0223 | 0.132 | 0.0171 |
| - | - | 0.538 | 0.0431 |
| Tm2O3/REO | <0.05 | - | <0.05 | - |
| <0.05 | - | <0.05 | - |
| <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.108 | 0.0161 | <0.05 | - |
| 0.518 | 0.0310 | 0.0848 | 0.00928 |
| 0.303 | 0.0216 | 0.128 | 0.0157 |
| Yb2O3/REO | <0.05 | - | <0.05 | - |
| <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.105 | 0.0118 | <0.05 | - |
| 0.520 | 0.0377 | 0.0841 | 0.00833 |
| 0.302 | 0.0185 | 0.131 | 0.0150 |
| - | - | 0.543 | 0.0333 |
| Lu2O3/REO | <0.05 | - | <0.05 | - |
| <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.124 | 0.0107 | <0.05 | - |
| 0.524 | 0.0322 | 0.0815 | 0.00910 |
| 0.304 | 0.0175 | 0.131 | 0.0146 |
| <0.05 | - | <0.05 | - |

表40　重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 镧热还原冶炼回收料 | | 钙热还原冶炼回收料 | |
| 质量分数/% | 重复性限(*r*)/% | 质量分数/% | 重复性限(*r*/% |
| Y2O3/REO | <0.05 | - | >98.5 | - |
| 0.346 | 0.0200 | <0.2 | - |
| 0.284 | 0.0238 | <0.2 | - |
| 1.256 | 0.0811 | 96.921 | 0.0803 |
| - | - | 0.687 | 0.0320 |
| - | - | 0.481 | 0.0467 |
| La2O3/REO | 82.272 | 0.663 | <0.1 | - |
| 95.103 | 0.143 | <0.1 | - |
| 78.577 | 0.435 | <0.1 | - |
| 65.847 | 0.726 | 0.411 | 0.0291 |
| - | - | 0.875 | 0.0446 |
| - | - | 0.538 | 0.0390 |
| CeO2/REO | <0.05 | - | <0.1 | - |
| 0.347 | 0.0232 | <0.1 | - |
| 0.281 | 0.0233 | <0.1 | - |
| 0.261 | 0.0202 | 0.198 | 0.0153 |
| - | - | 0.698 | 0.0252 |
| - | - | 0.483 | 0.0296 |
| Pr6O11/REO | <0.1 | - | <0.2 | - |
| 0.351 | 0.0259 | <0.2 | - |
| 0.291 | 0.0238 | <0.2 | - |
| 1.280 | 0.0967 | 0.197 | 0.0254 |
| - | - | 0.699 | 0.0308 |
| - | - | 0.503 | 0.0309 |
| Nd2O3/REO | <0.05 | - | <0.2 | - |
| 0.349 | 0.0203 | <0.2 | - |
| 0.270 | 0.0184 | <0.2 | - |
| 1.252 | 0.0830 | 0.263 | 0.0174 |
| - | - | 0.705 | 0.0299 |
| - | - | 0.531 | 0.0359 |
| Sm2O3/REO | <0.2 | - | <0.1 | - |
| 0.349 | 0.0204 | <0.1 | - |
| 2.784 | 0.190 | <0.1 | - |
| 12.792 | 0.299 | 0.204 | 0.0177 |
| - | - | 0.701 | 0.0222 |
| - | - | 0.485 | 0.0392 |
| Eu2O3/REO | <0.2 | - | <0.05 | - |
| 0.346 | 0.0197 | <0.05 | - |
| 12.780 | 0.301 | <0.05 | - |
| 2.786 | 0.195 | 0.201 | 0.0156 |
| - | - | 0.688 | 0.0309 |
| - | - | 0.496 | 0.0548 |
| Gd2O3/REO | <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.347 | 0.0218 | <0.05 | - |
| 0.271 | 0.0236 | <0.05 | - |
| 0.260 | 0.0173 | 0.201 | 0.0156 |
| - | - | 0.688 | 0.0309 |
| - | - | 0.491 | 0.0474 |
| Tb4O7/REO | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.353 | 0.0264 | <0.2 | - |
| 0.270 | 0.0253 | <0.2 | - |
| 0.251 | 0.0213 | 0.201 | 0.0156 |
| - | - | 0.688 | 0.0309 |
| - | - | 0.495 | 0.0555 |
| Dy2O3/REO | <0.05 | - | <0.2 | - |
| 0.346 | 0.0239 | <0.2 | - |
| 0.273 | 0.0232 | <0.2 | - |
| 0.260 | 0.0199 | 0.203 | 0.0155 |
| - | - | 0.971 | 0.0798 |
| - | - | 92.902 | 0.201 |
| Ho2O3/REO | <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.346 | 0.0239 | <0.05 | - |
| 0.273 | 0.0232 | <0.05 | - |
| 0.260 | 0.0199 | 0.201 | 0.0169 |
| - | - | 0.691 | 0.0287 |
| - | - | 0.478 | 0.0339 |
| Er2O3/REO | <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.353 | 0.0250 | <0.05 | - |
| 0.283 | 0.0268 | <0.05 | - |
| 0.249 | 0.0250 | 0.201 | 0.0156 |
| - | - | 0.688 | 0.0309 |
| - | - | 0.482 | 0.0258 |
| Tm2O3/REO | <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.353 | 0.0346 | <0.05 | - |
| 0.353 | 0.0250 | <0.05 | - |
| 0.283 | 0.0268 | <0.05 | - |
| 0.249 | 0.0250 | 0.200 | 0.0187 |
| - | - | 0.689 | 0.0187 |
| Yb2O3/REO | 17.558 | 0.421 | <0.05 | - |
| 0.353 | 0.0228 | <0.05 | - |
| 2.764 | 0.0229 | 0.178 | 0.0131 |
| 12.758 | 0.374 | 0.197 | 0.0158 |
| - | - | 0.688 | 0.0281 |
| - | - | 0.662 | 0.0444 |
| Lu2O3/REO | <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.352 | 0.0403 | <0.05 | - |
| 0.277 | 0.0348 | <0.05 | - |
| 0.252 | 0.0288 | 0.201 | 0.0198 |
| - | - | 0.691 | 0.0251 |
| 17.558 | 0.421 | <0.05 | - |

5.8.3　再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表41、42数据采用线性内插法或外延法求得。

表41　再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 镧铈、镨钕火法冶炼回收料 | | 稀土铁合金火法冶炼回收料 | |
| 质量分数/% | 再现性限(*R*)/% | 质量分数/% | 再现性限(*R*)/% |
| Y2O3/REO | <0.2 | - | <0.1 | - |
| <0.2 | - | <0.1 | - |
| 5.083 | 0.227 | 1.329 | 0.208 |
| 1.462 | 0.131 | 0.163 | 0.0257 |
| 3.030 | 0.157 | 0.310 | 0.0283 |
| - | - | 1.053 | 0.134 |
| La2O3/REO | 53.602 | 0.859 | <0.1 | - |
| 5.032 | 0.361 | <0.1 | - |
| 0.682 | 0.121 | 1.248 | 0.140 |
| 17.401 | 0.505 | 0.163 | 0.0273 |
| 36.894 | 0.777 | 0.300 | 0.0437 |
| - | - | 1.067 | 0.119 |
| CeO2/REO | 46.204 | 0.861 | 0.201 | 0.0594 |
| <0.2 | - | <0.1 | - |
| 0.619 | 0.0615 | <0.1 | - |
| 70.488 | 0.930 | 0.153 | 0.0152 |
| 12.709 | 0.630 | 0.313 | 0.0283 |
| - | - | 1.065 | 0.132 |
| Pr6O11/REO | <0.2 | - | 0.241 | 0.0829 |
| 17.613 | 0.427 | <0.2 | - |
| 25.741 | 0.495 | 0.757 | 0.104 |
| 0.853 | 0.0682 | <0.2 | - |
| 16.143 | 0.481 | 0.298 | 0.0313 |
| - | - | 1.083 | 0.145 |
| Nd2O3/REO | <0.2 | - | 1.327 | 0.218 |
|  | 72.743 | 0.524 | 0.523 | 0.0999 |
| 46.747 | 0.663 | 9.488 | 0.377 |
| 0.644 | 0.110 | 0.353 | 0.0731 |
| 17.211 | 0.255 | 5.068 | 0.260 |
| - | - | 2.571 | 0.220 |
| Sm2O3/REO | <0.2 | - | <0.1 | - |
| <0.2 | - | <0.1 | - |
| 5.114 | 0.193 | <0.1 | - |
| 1.554 | 0.148 | 0.154 | 0.0261 |
| 3.031 | 0.153 | 0.293 | 0.0210 |
| - | - | 1.084 | 0.127 |
| Eu2O3/REO | <0.05 | - | 0.228 | 0.0423 |
| <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.102 | 0.0130 | <0.05 | - |
| 0.525 | 0.0443 | 0.0775 | 0.0105 |
| 0.302 | 0.0292 | 0.127 | 0.0158 |
| - | - | 0.537 | 0.0420 |
| Gd2O3/REO | <0.05 | - | 96.862 | 0.634 |
| <0.05 | - | <0.2 | - |
| 5.132 | 0.262 | <0.2 | - |
| 1.529 | 0.104 | 49.580 | 0.727 |
| 3.051 | 0.199 | 21.901 | 0.595 |
| - | - | 2.710 | 0.226 |
| Tb4O7/REO | <0.2 | - | <0.05 | - |
| <0.2 | - | 0.0829 | 0.0218 |
| 0.114 | 0.0248 | 0.178 | 0.0569 |
| 0.514 | 0.0491 | 0.110 | 0.0378 |
| 0.301 | 0.0296 | 0.280 | 0.0377 |
| - | - | 0.0757 | 0.0178 |
| Dy2O3/REO | <0.2 | - | 0.830 | 0.101 |
| <0.2 | - | 98.615 | 0.111 |
| 5.100 | 0.250 | 6.404 | 0.262 |
| 1.504 | 0.120 | 41.169 | 0.611 |
| 3.024 | 0.235 | 69.964 | 0.630 |
| - | - | 2.662 | 0.226 |
| Ho2O3/REO | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 3.021 | 0.354 | 0.307 | 0.0425 |
| 5.100 | 0.250 | 79.150 | 0.835 |
| 1.504 | 0.120 | 7.604 | 0.247 |
| 3.024 | 0.235 | 0.623 | 0.0739 |
| - | - | 83.900 | 0.724 |
| Er2O3/REO | <0.05 | - | <0.05 | - |
| <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.108 | 0.0132 | <0.05 | - |
| 0.514 | 0.0308 | 0.0817 | 0.0168 |
| 0.298 | 0.0349 | 0.132 | 0.0279 |
| - | - | 0.538 | 0.0612 |
| Tm2O3/REO | <0.05 | - | <0.05 | - |
| <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.108 | 0.0172 | <0.05 | - |
| 0.518 | 0.0463 | 0.0848 | 0.0163 |
| 0.303 | 0.0319 | 0.128 | 0.0254 |
| - | - | 0.544 | 0.0523 |
| Yb2O3/REO | <0.05 | - | <0.05 | - |
| <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.105 | 0.0127 | <0.05 | - |
| 0.520 | 0.0481 | 0.0841 | 0.0127 |
| 0.302 | 0.0235 | 0.131 | 0.0254 |
| - | - | 0.543 | 0.0423 |
| Lu2O3/REO | <0.05 | - | <0.05 | - |
| <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.124 | 0.0430 | <0.05 | - |
| 0.524 | 0.0371 | 0.0815 | 0.0150 |
| 0.304 | 0.0191 | 0.131 | 0.0257 |
| - | - | 0.546 | 0.0529 |

表42　再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 镧热还原冶炼回收料 | | 钙热还原冶炼回收料 | |
| 质量分数/% | 再现性限(*R*)/% | 质量分数/% | 再现性限(*R*)/% |
| Y2O3/REO | <0.05 | - | >98.5 | - |
| 0.346 | 0.0233 | <0.2 | - |
| 0.284 | 0.0288 | <0.2 | - |
| 1.256 | 0.131 | 96.921 | 0.118 |
| - | - | 0.687 | 0.0809 |
| - | - | 0.481 | 0.0580 |
| La2O3/REO | 82.272 | 0.749 | <0.1 | - |
| 95.103 | 0.182 | <0.1 | - |
| 78.577 | 0.690 | <0.1 | - |
| 65.847 | 0.739 | 0.411 | 0.0379 |
| - | - | 0.875 | 0.101 |
| - | - | 0.538 | 0.0673 |
| CeO2/REO | <0.05 | - | <0.1 | - |
| 0.347 | 0.0267 | <0.1 | - |
| 0.281 | 0.0407 | <0.1 | - |
| 0.261 | 0.0301 | 0.198 | 0.0240 |
| - | - | 0.698 | 0.0840 |
| - | - | 0.483 | 0.0579 |
| Pr6O11/REO | <0.1 | - | <0.2 | - |
| 0.351 | 0.0429 | <0.2 | - |
| 0.291 | 0.0485 | <0.2 | - |
| 1.280 | 0.126 | 0.197 | 0.0321 |
| - | - | 0.699 | 0.0517 |
| - | - | 0.503 | 0.0463 |
| Nd2O3/REO | <0.05 | - | <0.2 | - |
| 0.349 | 0.0258 | <0.2 | - |
| 0.270 | 0.0288 | <0.2 | - |
| 1.252 | 0.107 | 0.263 | 0.0232 |
| - | - | 0.705 | 0.0409 |
| - | - | 0.531 | 0.0708 |
| Sm2O3/REO | <0.2 | - | <0.1 | - |
| 0.349 | 0.0218 | <0.1 | - |
| 2.784 | 0.240 | <0.1 | - |
| 12.792 | 0.323 | 0.204 | 0.0441 |
| - | - | 0.701 | 0.0368 |
| - | - | 0.485 | 0.0604 |
| Eu2O3/REO | <0.2 | - | <0.05 | - |
| 0.346 | 0.0270 | <0.05 | - |
| 12.780 | 0.350 | <0.05 | - |
| 2.786 | 0.232 | 0.201 | 0.0272 |
| - | - | 0.688 | 0.0634 |
| - | - | 0.496 | 0.0886 |
| Gd2O3/REO | <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.347 | 0.0262 | <0.05 | - |
| 0.271 | 0.0307 | <0.05 | - |
| 0.260 | 0.0362 | 0.201 | 0.0272 |
| - | - | 0.688 | 0.0634 |
| - | - | 0.491 | 0.0799 |
| Tb4O7/REO | <0.2 | - | <0.2 | - |
| 0.353 | 0.0359 | <0.2 | - |
| 0.270 | 0.0324 | <0.2 | - |
| 0.251 | 0.0307 | 0.201 | 0.0272 |
| - | - | 0.688 | 0.0634 |
| - | - | 0.495 | 0.0925 |
| Dy2O3/REO | <0.05 | - | <0.2 | - |
| 0.346 | 0.0258 | <0.2 | - |
| 0.273 | 0.0357 | <0.2 | - |
| 0.260 | 0.0362 | 0.203 | 0.0264 |
| - | - | 0.971 | 0.142 |
| - | - | 92.902 | 0.386 |
| Ho2O3/REO | <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.346 | 0.0258 | <0.05 | - |
| 0.273 | 0.0357 | <0.05 | - |
| 0.260 | 0.0362 | 0.201 | 0.0185 |
| - | - | 0.691 | 0.0509 |
| - | - | 0.478 | 0.0542 |
| Er2O3/REO | <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.353 | 0.0346 | <0.05 | - |
| 0.283 | 0.0428 | <0.05 | - |
| 0.249 | 0.0300 | 0.201 | 0.0272 |
| - | - | 0.688 | 0.0634 |
| - | - | 0.482 | 0.0336 |
| Tm2O3/REO | <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.353 | 0.0346 | <0.05 | - |
| 0.283 | 0.0428 | <0.05 | - |
| 0.249 | 0.0295 | 0.200 | 0.0251 |
| - | - | 0.689 | 0.0187 |
| - | - | 0.480 | 0.0928 |
| Yb2O3/REO | 17.558 | 0.603 | <0.05 | - |
| 0.353 | 0.0306 | <0.05 | - |
| 2.764 | 0.182 | 0.178 | 0.0444 |
| 12.758 | 0.393 | 0.197 | 0.0239 |
| - | - | 0.688 | 0.0542 |
| - | - | 0.662 | 0.0687 |
| Lu2O3/REO | <0.05 | - | <0.05 | - |
| 0.352 | 0.0426 | <0.05 | - |
| 0.277 | 0.0492 | <0.05 | - |
| 0.252 | 0.0350 | 0.201 | 0.0288 |
| - | - | 0.691 | 0.0660 |
| - | - | 0.469 | 0.0347 |