

中华人民共和国国家市场监督管理总局

中国国家标准化管理委员会

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

离子型稀土矿混合稀土氧化物

化学分析方法　第1部分：

十五个稀土元素氧化物配分量的测定

Chemical analysis methods of mixed rare earth oxide of ion-absorption

rare earth ore—Part 1：Determination of fifteen rare earth oxides composition

(预审稿)

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

H 14

GB/T18882.1—202X

代替GB/ T 18882.1-2008

发布

前 言

GB/T 18882《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法》共分为3个部分：

——第1部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定；

——第2部分：三氧化二铝量的测定；

——第3部分：二氧化硅含量的测定。

本部分为第1部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分代替GB/T 18882.1-2008《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法十五个稀土元素氧化物的配分量的测定》。本部分包含两个方法，方法1为X-射线荧光光谱法，方法2为电感耦合等离子体原子发射光谱法。当两个方法的测定范围出现重叠时，以方法1作为仲裁方法。

本部分与GB/T 18882.1-2008相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

a）更改了方法适用范围，由“氧化物”修改为“离子型稀土矿混合稀土氧化物、碳酸盐、草酸盐、稀土料液（不含有机相）”（见1和2008版1和10）

b）更改了方法1测定范围，测定范围由“0.20%～99.00%”修改为表1规定的范围（见1和2008版1）；

c）更改了方法2测定范围，测定范围由“0.20%～80.00%”修改为表2规定的范围（见2和2008版10）；

d）方法1新增了碳酸盐、草酸盐、稀土料液（不含有机相）试料样片制备（见4.5.3.2、4.5.3.3、4.5.3.4）；

e）更改了方法1系列标准样片的制备方法（见4.5.4和2008版6.4）；

g）更改了测定参数内标元素，有钒更改为钪（见表7和2008版表3）；

h）更改了方法1和方法2的结果表达形式（见4.6、5.6和2008版7、16）；

i）更改了方法1和方法2的重复性限和允许差（见4.7、5.7和2008版8、17））

j）更改了方法2称取试样质量（见5.5.1和2008版15.1）

k）方法2新增了碳酸盐、草酸盐、稀土料液（不含有机相）试料样片制备（见5.5.3.2、5.5.3.3、5.5.3.4）；

l）更改了方法2系列标准溶液的制备方法（见5.5.4和2008版15.4）。

m）删除了质量保证和控制条款。

本部分由全国稀土标准化技术委员会提出并归口。

本部分主要起草单位：

本部分主要起草人：

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 18884.2-2002；

——GB/T 18882.3-2002；

——GB/T 18882.1-2008。

离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法

第1部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定

1. 范围

GB/T 18882的本部分规定了离子型稀土矿混合稀土氧化物、碳酸盐、草酸盐、稀土料液（不含有机相）中十五个稀土元素氧化物配分量的测定方法。

本部分适用于离子型稀土矿混合稀土氧化物、碳酸盐、草酸盐、稀土料液（不含有机相）中十五个稀土元素氧化物配分量的测定。共包含两个方法，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。测定范围：方法1见表1，方法2见表2。

表1　方法1各稀土氧化物配分量测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *c*（REXOY/REO） | 配分量/% | *c*（REXOY/REO） | 配分量/% |
| *c*（La2O3/REO） | 2.50～45.00 | *c*（Dy2O3/REO） | 1.00～12.00 |
| *c*（CeO2/REO） | 0.20～20.00 | *c*（Ho2O3/REO） | 0.15～3.00 |
| *c*（Pr6O11/REO） | 0.50～10.00 | *c*（Er2O3/REO） | 0.25～3.00 |
| *c*（Nd2O3/REO） | 2.50～40.00 | *c*（Tm2O3/REO） | 0.10～2.00 |
| *c*（Sm2O3/REO） | 0.50～10.00 | *c*（Yb2O3/REO） | 0.25～3.00 |
| *c*（Eu2O3/REO） | 0.10～2.00 | *c*（Lu2O3/REO） | 0.10～2.00 |
| *c*（Gd2O3/REO） | 0.50～10.00 | *c*（Y2O3/REO） | 4.00～68.00 |
| *c*（Tb4O7/REO） | 0.10～2.00 |  |  |

表2　方法2各稀土氧化物配分量测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *c* REXOY/REO） | 配分量/% | *c*（REXOY/REO） | 配分量/% |
| *c*（La2O3/REO） | 2.50～45.00 | *c*（Dy2O3/REO） | 1.00～12.00 |
| *c*（CeO2/REO） | 0.20～20.00 | *c*（Ho2O3/REO） | 0.10～3.00 |
| *c*（Pr6O11/REO） | 0.50～10.00 | *c*（Er2O3/REO） | 0.10～3.00 |
| *c*（Nd2O3/REO） | 2.50～40.00 | *c*（Tm2O3/REO） | 0.05～2.00 |
| *c*（Sm2O3/REO） | 0.50～10.00 | *c*（Yb2O3/REO） | 0.10～3.00 |
| *c*（Eu2O3/REO） | 0.05～2.00 | *c*（Lu2O3/REO） | 0.05～2.00 |
| *c*（Gd2O3/REO） | 0.50～10.00 | *c*（Y2O3/REO） | 4.00～68.00 |
| *c*（Tb4O7/REO） | 0.10～2.00 |  |  |

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

试料经硝酸、盐酸和过氧化氢分解，蒸至近干，加入钪内标溶液．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，计算出待测元素的相对含量。

4.2　试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯试剂和符合实验室GB/T 6682规定的二级水及以上蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.2.1　氧化钪*w*（Sc2O3）>99.50%，各单一稀土氧化物质量分数小于0.01%。

4.2.2　氧化钇*w*（REO）≥99.50%，*w*（Y2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

4.2.3　氧化镧*w*（REO）≥99.50%，*w*（La2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

4.2.4　氧化铈*w*（REO）≥99.50%，*w*（CeO2/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

4.2.5　氧化镨*w*（REO）≥99.50%，*w*（Pr6O11/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

4.2.6　氧化钕*w*（REO）≥99.50%，*w*（Nd2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

4.2.7　氧化钐*w*（REO）≥99.50%，*w*（Sm2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

4.2.8　氧化铕*w*（REO）≥99.50%，*w*（Eu2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

4.2.9　氧化钆*w*（REO）≥99.50%，*w*（Gd2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

4.2.10　氧化铽*w*（REO）≥99.50%，*w*（Tb4O7/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

4.2.11　氧化镝*w*（REO）≥99.50%，*w*（Dy2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

4.2.12　氧化钬*w*（REO）≥99.50%，*w*（Ho2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

4.2.13　氧化铒*w*（REO）≥99.50%，*w*（Er2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

4.2.14　氧化铥*w*（REO）≥99.50%，*w*（Tm2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

4.2.15　氧化镱*w*（REO）≥99.50%，*w*（Yb2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

4.2.16　氧化镥*w*（REO）≥99.50%，*w*（Lu2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，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　过氧化氢[*w*（H2O2）≥30%]。

4.2.20　盐酸（1+1）。

4.2.21　盐酸（1+19）。

4.2.22　标准贮存溶液A：称取0.100 0 g氧化铈（4.2.4）于200 mL烧杯中，用水湿润，加入10 mL硝酸（4.2.18）和少量过氧化氢（4.2.19），于低温分解清亮（不清亮可重复操作），再加入盐酸（4.2.17）和过氧化氢（4.2.19））反复蒸干几次，将硝酸盐转化成氯化物，冷却后移入500 mL容量瓶中，用盐酸（4.2.21）稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含0.2 mg氧化铈。

4.2.23　标准贮存溶液B：称取0.100 0 g氧化镨（4.2.5）于200 mL烧杯中，用水湿润，加入15 mL盐酸（4.2.20），低温加热溶解清亮，冷却后分别移入200 mL容量瓶中，用盐酸（4.2.21）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL各含0.5 mg氧化镨。

4.2.24　标准贮存溶液C～O：按表3称取各单一稀土氧化物于200 mL烧杯中，用水湿润，加入10 mL硝酸（4.2.18）和少量过氧化氢（4.2.19），于低温分解清亮（不清亮可重复操作），再加入盐酸（4.2.20） 和过氧化氢（4.2.19））反复蒸干几次，将硝酸盐转化成氯化物，冷却后移入250 mL容量瓶中，用盐酸（4.2.21）稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含各单一稀土氧化物量见表4。

4.2.25　4钪内标溶液:称取12.000 0 g已于105 ℃烘1 h的氧化钪（4.2.1）于400 mL烧杯中，加入20 mL盐酸（4.2.20），加入1 mL过氧化氢（4.2.19）于低温分解清亮，冷却后移入2 000 mL容量瓶中，,加入一定量的水后加入50 mL盐酸（4.2.18），冷却，用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含6.00 mg 三氧化二钪。

4.2.26　滤纸：φ50 mm，快速定性。

4.2.27　P10氩-甲皖气体：10%甲烷+90%氩气。

表3　标准贮存溶液C～O各单一稀土氧化物称样量

 单位：g

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液编号 | La2O34.2.3 | CeO24.2.4 | Pr6O114.2.5 | Nd2O34.2.6 | Sm2O34.2.7 | Eu2O34.2.8 | Gd2O34.2.9 | Tb4O74.2.10 |
| C | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.0500 |
| D | 0.062 5 | 0 | 0 | 0.142 5 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| E | 0.122 5 | 0 | 0.250 0 | 0.062 5 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| F | 0.250 0 | 0 | 0.150 0 | 0.220 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| G | 0.347 5 | 0 | 0.100 0 | 0.347 5 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| H | 0.650 0 | 0.080 0 | 0.200 0 | 0.100 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| I | 0.440 0 | 0.160 0 | 0.175 0 | 0.450 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| J | 0.550 0 | 0.250 0 | 0.225 0 | 0.395 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| K | 0.615 0 | 0.300 0 | 0.125 0 | 0.575 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| L | 0.502 5 | 0.375 0 | 0.075 0 | 0.857 5 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| M | 0.800 0 | 0 | 0.050 0 | 1.027 5 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| N | 1.175 0 | 0.500 0 | 0 | 0.250 0 | 0.250 0 | 0.050 0 | 0.250 0 | 0 |
| O | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.250 0 | 0.050 0 | 0.250 0 | 0 |
| 标液编号 | Dy2O34.2.11 | Y2O34.2.2 | Ho2O34.2.12 | Er2O34.2.13 | Tm2O34.2.14 | Yb2O34.2.15 | Lu2O34.2.16 | / |
| C | 0.300 0 | 1.725 0 | 0.075 0 | 0.125 0 | 0.050 0 | 0.125 0 | 0.050 0 | / |

表4　标准贮存溶液C～O各单一稀土氧化物浓度

单位：mg/mL

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液编号 | La2O3 | CeO2 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 | Tb4O7 |
| C | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.20 |
| D | 0.25 | 0 | 0 | 0.57 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| E | 0.49 | 0 | 1.00 | 0.25 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| F | 1.00 | 0 | 0.60 | 0.88 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| G | 1.39 | 0 | 0.40 | 1.39 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| H | 2.60 | 0.32 | 0.80 | 0.40 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| I | 1.76 | 0.64 | 0.70 | 1.80 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| J | 4.20 | 1.00 | 0.90 | 1.58 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| K | 2.46 | 1.20 | 0.50 | 2.30 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| L | 2.01 | 1.50 | 0.30 | 3.43 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| M | 3.20 | 0 | 0.20 | 4.11 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| N | 4.70 | 2.00 | 0 | 1.00 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| O | 0 | 0 | 0 | 0 | 1.00 | 0.20 | 1.00 | 0 |
| 标液编号 | Dy2O3 | Y2O3 | Ho2O3 | Er2O3 | Tm2O3 | Yb2O3 | Lu2O3 | / |
| C | 1.20 | 6.90 | 0.30 | 0.50 | 0.20 | 0.50 | 0.20 | / |
| D | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| E | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| E | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| G | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| H | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| I | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| J | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| K | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| L | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| M | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| N | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |
| O | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |

4.3　仪器

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

4.4.1离子型稀土矿混合稀土氧化物样品预先在105 ℃～110 ℃烘2 h，置于干燥器中，冷却至室温。

4.4.2草酸盐样品经950 ℃灼烧后，研磨均匀，立即称量。

4.4.3离子型稀土矿混合稀土碳酸盐直接称取。

4.4.4离子型稀土矿混合稀土料液直接移取。

4.5　测定步骤

4.5.1　试料

称取0.100 g样品（2.4）。

4.5.2　平行测定

独立地进行两次测定，取其平均值。

4.5.3　试料样片制备

4.5.3.1　混合稀土氧化物：称取试料（4.5.1）样品置于100 mL烧杯中，加入5 mL盐酸（4.2.20）[含铈高的样品加入5 mL硝酸（4.2.18）]，加入0.5 mL过氧化氢（4.2.19）于低温分解清亮，加入加热至近干。冷却至室温后加入5.00 mL钪内标溶液（4.2.25），溶解清亮，混匀。

4.5.3.2　混合稀土草酸盐：称取10 g试料置于100 mL烧杯中，经950 ℃灼烧l h后在干燥器中冷却至室温。以下按4.5.3.1进行。

4.5.3.3　混合稀土碳酸盐：称取10 g置于100 mL烧杯中，加入20 mL水，20 mL盐酸（4.2.21）及1 mL过氧化氢（4.2.20）低温加热至溶解完全，冷取后移入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移取相当于氧化稀土质量0.100 g的试液于100 mL烧杯中，以下按4.5.3.1进行

4.5.3.4　离子型稀土矿混合稀土料液：移取相当于氧化稀土质量0.10 g的料液于100 mL烧杯中，以下按4.5.3.1进行。

4.5.3.5　移取0.30 mL试液（4.5.3.1～4.5.3.4），均匀滴在平铺于玻璃板上的滤纸片（4.2.27）上，放置20  min，在红外线灯下烘干，待测。

4.5.4　系列标准样片制备

按表5分别移取标准贮存溶液（A～O）置于12个100 mL烧杯中，蒸至近干，冷却至室温后加入5.0 mL钪内标溶液（4.2.25），溶解清亮，混匀。按照4.5.3.5步骤制备标准样片。系列标准片配分值见表6：

表5　移取各稀土氧化物标准贮存溶液体积

单位：mL

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 系列标准片序号 | 标准贮存溶液编号 | 移取体积 | 标准贮存溶液编号 | 移取体积 | 标准贮存溶液编号 | 移取体积 | 标准贮存溶液编号 | 移取体积 |
| 1 | C | 10.00 | / | / | / | / | / | / |
| 2 | C | 9.00 | O | 0.50 | D | 10.00 | A | 1.00 |
| B | 1.00 | / | / | / | / | / | / |
| 3 | C | 8.00 | O | 1.00 | E | 10.00 | A | 2.00 |
| 4 | C | 7.00 | O | 2.00 | F | 10.00 | A | 4.00 |
| 5 | C | 6.00 | O | 3.00 | G | 10.00 | A | 8.00 |
| 6 | C | 5.00 | O | 4.00 | H | 10.00 | / | / |
| 7 | C | 4.00 | O | 5.00 | I | 10.00 | / | / |
| 8 | C | 3.00 | O | 6.00 | J | 10.00 | / | / |
| 9 | C | 2.00 | O | 7.00 | K | 10.00 | / | / |
| 10 | C | 1.00 | O | 8.00 | L | 10.00 | / | / |
| 11 | C | 0.50 | O | 9.00 | M | 10.00 | A | 0.50 |
| 12 | / | / | O | 10.00 | N | 10.00 | B | 2.00 |

表6　系列标准片各稀土氧化物配分值表

单位：%

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | La2O3 | CeO2 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 | Tb4O7 |
| 1 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 2.00 |
| 2 | 2.50 | 0.20 | 0.50 | 5.70 | 0.50 | 0.10 | 0.50 | 1.80 |
| 3 | 4.90 | 0.40 | 10.00 | 2.50 | 1.00 | 0.20 | 1.00 | 1.60 |
| 4 | 10.00 | 0.80 | 6.00 | 8.80 | 2.00 | 0.40 | 2.00 | 1.40 |
| 5 | 13.90 | 1.60 | 4.00 | 13.90 | 3.00 | 0.60 | 3.00 | 1.20 |
| 6 | 26.00 | 3.20 | 8.00 | 4.00 | 4.00 | 0.80 | 4.00 | 1.00 |
| 7 | 17.60 | 6.40 | 7.00 | 18.00 | 5.00 | 1.00 | 5.00 | 0.80 |
| 8 | 22.00 | 10.00 | 9.00 | 15.80 | 6.00 | 1.20 | 6.00 | 0.60 |
| 9 | 24.60 | 12.00 | 5.00 | 23.00 | 7.00 | 1.40 | 7.00 | 0.40 |
| 10 | 20.10 | 15.00 | 3.00 | 34.30 | 8.00 | 1.60 | 8.00 | 0.20 |
| 11 | 32.00 | 0.10 | 2.00 | 41.10 | 9.00 | 1.80 | 9.00 | 0.10 |
| 12 | 47.00 | 20.00 | 1.00 | 10.00 | 10.00 | 2.00 | 10.00 | 0.00 |
| 序号 | Dy2O3 | Y2O3 | Ho2O3 | Er2O3 | Tm2O3 | Yb2O3 | Lu2O3 | / |
| 1 | 12.00 | 69.00 | 3.00 | 5.00 | 2.00 | 5.00 | 2.00 | / |
| 2 | 10.80 | 62.10 | 2.70 | 4.50 | 1.80 | 4.50 | 1.80 | / |
| 3 | 9.60 | 54.20 | 2.40 | 4.00 | 1.60 | 4.00 | 1.60 | / |
| 4 | 8.40 | 48.30 | 2.10 | 3.50 | 1.40 | 3.50 | 1.40 | / |
| 5 | 7.20 | 41.40 | 1.80 | 3.00 | 1.20 | 3.00 | 1.20 | / |
| 6 | 6.00 | 34.50 | 1.50 | 2.50 | 1.00 | 2.50 | 1.00 | / |
| 7 | 4.80 | 27.60 | 1.20 | 2.00 | 0.80 | 2.00 | 0.80 | / |
| 8 | 3.60 | 20.70 | 0.90 | 1.50 | 0.60 | 1.50 | 0.60 | / |
| 9 | 2.40 | 13.80 | 0.60 | 1.00 | 0.40 | 1.00 | 0.40 | / |
| 10 | 1.20 | 6.90 | 0.30 | 0.50 | 0.20 | 0.50 | 0.20 | / |
| 11 | 0.60 | 3.45 | 0.15 | 0.25 | 0.10 | 0.25 | 0.10 | / |
| 12 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | / |

4.5.5　测定

4.5.5.1　推荐仪器测定参数见表7。

4.5.5.2　将标准系列各稀土元素的质量分数输入计算机，按照仪器测定参数（4.5.5.1）测定系列标准样片（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。再测定试料片（4.5.3），由计算机计算校正输出各稀土元素质量分数。

表7　各稀土元素测定参数

|  |  |
| --- | --- |
| 测定参数 | 被测元素 |
| La | Ce | Pr | Nd | Sm | Eu | Gd | Tb |
| 分析线 | Lα1 | Lα1 | Lβ1 | Lα1 | Lβ1 | Lα1 | Lα1 | Lα1 |
| 2θ° | 82.91 | 79.05 | 68.25 | 72.16 | 59.53 | 63.58 | 61.13 | 58.85 |
| 测定参数 | 被测元素 |
| Dy | Ho | Er | Tm | Yb | Lu | Y | Sc |
| 分析线 | Lα1 | Lβ1 | Lβ1 | Lα1 | Lα1 | Lβ1 | Kα1 | Kα1 |
| 2θ° | 56.52 | 48.32 | 46.44 | 50.80 | 49.06 | 41.40 | 23.76 | 97.73 |

4.6　试验数据处理

按式（1）计算十五个稀土元素氧化物配分量*c（RExOy/REO）*，以百分数计：

*c（*RExOy*/REO）*=WRExOy∑WRExOy×100%…………………（1）

式中：

wRExOy——各待测稀土元素的氧化物（Y2O3、La2O3、……Lu2O3）质量分数；

*∑*wRExOy——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8种不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对样品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数据采用线性内插法或外延法求得。

表8　重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% | 再现性限(R)/% | 质量分数/% | 再现性限(R)/% |
| Y2O3/REO |  |  | Tb4O7/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| La2O3/REO |  |  | Dy2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| CeO2/REO |  |  | Ho2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Pr6O11/REO |  |  | Er2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Nd2O3/REO |  |  | Tm2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Sm2O3/REO |  |  | Yb2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Eu2O3/REO |  |  | Lu2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Gd2O3/REO |  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

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8数据采用线性内插法或外延法求得。

表9　重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% | 再现性限(R)/% | 质量分数/% | 再现性限(R)/% |
| Y2O3/REO |  |  | Tb4O7/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| La2O3/REO |  |  | Dy2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| CeO2/REO |  |  | Ho2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Pr6O11/REO |  |  | Er2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Nd2O3/REO |  |  | Tm2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Sm2O3/REO |  |  | Yb2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Eu2O3/REO |  |  | Lu2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Gd2O3/REO |  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

1. 方法2：电感耦合等离子体原子发射光谱法

5.1　方法原理

试料经硝酸、盐酸和过氧化氢分解，在稀盐酸介质中，采用近似基体匹配消除稀土基体干扰，直接以氩等离子体光源激发，进行光谱测定。

5.2　试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯试剂和符合实验室GB/T 6682规定的二级水及以上蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.2.1　氧化钇*w*（REO）≥99.50%，*w*（Y2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

5.2.2　氧化镧*w*（REO）≥99.50%，*w*（La2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

5.2.3　氧化铈*w*（REO）≥99.50%，*w*（CeO2/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

5.2.4　氧化镨*w*（REO）≥99.50%，*w*（Pr6O11/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

5.2.5　氧化钕*w*（REO）≥99.50%，*w*（Nd2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

5.2.6　氧化钐*w*（REO）≥99.50%，*w*（Sm2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

5.2.7　氧化铕*w*（REO）≥99.50%，*w*（Eu2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

5.2.8　氧化钆*w*（REO）≥99.50%，*w*（Gd2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

5.2.9　氧化铽*w*（REO）≥99.50%，*w*（Tb4O7/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

5.2.10　氧化镝*w*（REO）≥99.50%，*w*（Dy2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

5.2.11　氧化钬*w*（REO）≥99.50%，*w*（Ho2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

5.2.12　氧化铒*w*（REO）≥99.50%，*w*（Er2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

5.2.13　氧化铥*w*（REO）≥99.50%，*w*（Tm2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

5.2.14　氧化镱*w*（REO）≥99.50%，*w*（Yb2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

5.2.15　氧化镥*w*（REO）≥99.50%，*w*（Lu2O3/REO）>99.99%，经950 ℃灼烧l h，冷却至室温。

5.2.16　盐酸（ρ＝1.19 g/mL）。

5.2.17　硝酸（ρ＝1.42 g/mL）。

5.2.18　过氧化氢[*w*（H2O2）≥30%]。

5.2.19　钇标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化钇（5.2.1）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.16）和1 mL过氧化氢（5.2.18），加热分解清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1.00 mg氧化钇。

5.2.20　铈标准贮存溶液：称取0.200 0 g氧化铈（5.2.3）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL硝酸（5.2.17）和1 mL过氧化氢（5.2.18），于低温分解清亮（不清亮可重复操作），冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含2.00 mg氧化铈。

5.2.21　镨标准贮存溶液：称取0.500 0 g氧化镨（5.2.4）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.16）和1 mL L过氧化氢（5.2.18），加热分解清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含5.00 mg氧化镨。

5.2.22　钕标准贮存溶液：称取0.500 0 g氧化钕（5.2.5）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.16）和1 mL过氧化氢（5.2.18），加热分解清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含5.00 mg氧化钕。

5.2.23　钐标准贮存溶液：称取0.500 0 g氧化钐（5.2.6）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.16）和1 mL L过氧化氢（5.2.18），加热分解清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含5.00 mg氧化钐。

5.2.24　铕标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化铕（5.2.7）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.16）和1 mL过氧化氢（5.2.18），加热分解清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1.00 mg氧化铕。

5.2.25　钆标准贮存溶液：称取0.500 0 g氧化钆（5.2.8）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.16）和1 mL过氧化氢（5.2.18），加热分解清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含5.00 mg氧化钆。

5.2.26　铽标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化铽（5.2.9）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.16）和1 mL过氧化氢（5.2.18），加热分解清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1.00 mg氧化铽。

5.2.27　镝标准贮存溶液：称取0.300 0 g氧化镝（5.2.10）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.16）和1 mL过氧化氢（5.2.18），加热分解清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含3.00 mg氧化镝。

5.2.28　钬标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化钬（5.2.11）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.16）和1 mL过氧化氢（5.2.18），加热分解清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1.00 mg氧化钬。

5.2.29　铒标准贮存溶液：称取0.500 0 g氧化铒（5.2.12）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.16）和1 mL过氧化氢（5.2.18），加热分解清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含5.00 mg氧化铒。

5.2.30　铥标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化铥（5.2.13）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.16）和1 mL过氧化氢（5.2.18），加热分解清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1.00 mg氧化铥。

5.2.31　镱标准贮存溶液：称取0.500 0 g氧化镱（5.2.14）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.16）和1 mL过氧化氢（5.2.18），加热分解清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含5.00 mg氧化镱。

5.2.32　镥标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化镥（5.2.15）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.16）和1 mL过氧化氢（5.2.18），加热分解清亮，冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含1.00 mg氧化镥。

5.2.33　标准贮存溶液Ⅰ～Ⅷ：按表10称取各单一稀土氧化物(5.2.1～5.2.15)于200 mL烧杯中，用水湿润，加入10 mL盐酸（5.2.16）和1 mL过氧化氢（5.2.18），加热分解清亮（不清亮可重复操作），冷却后移入200 mL容量瓶中，按表11移取相应标准贮存溶液(5.2.19～5.2.32)于200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含稀土氧化物5.00 mg，各单一稀土氧化物浓度见表12。

表10　标准贮存溶液Ⅰ～Ⅷ各单一稀土氧化物称样量

单位：g

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液编号 | Y2O35.2.1 | La2O35.2.2 | CeO25.2.3 | Pr6O115.2.4 | Nd2O35.2.5 | Sm2O35.2.6 | Eu2O35.2.7 | Gd2O35.2.8 |
| Ⅰ | 0.690 0 | / | / | / | / | / | / | / |
| Ⅱ | 0.552 0 | 0.049 0 | / | 0.100 0 | / | / | / | / |
| Ⅲ | 0.414 0 | 0.139 0 | / | / | 0.139 0 | / | / | / |
| Ⅳ | 0.276 0 | 0.176 0 | 0.064 0 | 0.070 0 | 0.180 0 | 0.050 0 | / | 0.050 0 |
| Ⅴ | 0.138 0 | 0.246 0 | 0.120 0 | 0.050 0 | 0.230 0 | 0.070 0 | / | 0.070 0 |
| Ⅵ | / | 0.320 0 | / | / | 0.411 0 | 0.090 0 | / | 0.090 0 |
| Ⅷ | / | 0.470 0 | 0.200 0 | / | 0.100 0 | 0.100 0 | / | 0.100 0 |
| 标液编号 | Tb4O75.2.9 | Dy2O35.2.10 | Ho2O35.2.11 | Er2O35.2.12 | Tm2O35.2.13 | Yb2O35.2.14 | Lu2O35.2.15 | / |
| Ⅰ | / | 0.120 0 | / | / | / | / | / | / |
| Ⅱ | / | 0.096 0 | / | / | / | / | / | / |
| Ⅲ | / | 0.072 0 | / | / | / | / | / |  |
| Ⅳ | / | / | / | / | / | / |  | / |
| Ⅴ | / | / | / | / | / | / |  | / |
| Ⅵ | / | / | / | / | / | / | / | / |
| Ⅷ | / | / | / | / | / | / | / | / |

表11　标准贮存溶液Ⅰ～Ⅷ各单一稀土氧化物移取量

单位：mL

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液编号 | Y2O35.2.19 | CeO25.2.20 | Pr6O115.2.21 | Nd2O35.2.22 | Sm2O35.2.23 | Eu2O35.2.24 | Gd2O35.2.25 |
| Ⅰ | / | / | / | / | / | / | / |
| Ⅱ | / | 2.00 | / | 5.00 | 2.00 | 2.00 | 2.00 |
| Ⅲ | / | 8.00 | 8.00 | / | 6.00 | 6.00 | 6.00 |
| Ⅳ | / | / | / | / | / | 10.00 | / |
| Ⅴ | / | / | / | / | / | 14.00 | / |
| Ⅵ | 34.50 | 0.50 | 4.00 | / | / | 18.00 | / |
| Ⅷ | 12.00 | / | 2.00 | / | / | 0.50 | / |
| 标液编号 | Tb4O75.2.26 | Dy2O35.2.27 | Ho2O35.2.28 | Er2O35.2.29 | Tm2O35.2.30 | Yb2O35.2.31 | Lu2O35.2.32 |
| Ⅰ | 20.00 | / | 30.00 | 10.00 | 20.00 | 10.00 | 20.00 |
| Ⅱ | 16.0  | / | 24.00 | 8.00 | 16.00 | 8.00 | 16.00 |
| Ⅲ | 12.00 | / | 18.00 | 6.00 | 12.00 | 6.00 | 12.00 |
| Ⅳ | 8.00 | 16.00 | 12.00 | 4.00 | 8.00 | 4.00 | 8.00 |
| Ⅴ | 4.00 | 8.00 | 6.00 | 2.00 | 4.00 | 2.00 | 4.00 |
| Ⅵ | 1.00 | 2.00 | 1.50 | 0.50 | 1.00 | 0.50 | 1.00 |
| Ⅷ | 0.50 | 1.00 | 1.00 | 0.20 | 0.50 | 0.20 | 0.50 |

表12　**标准贮存溶液Ⅰ～Ⅷ各单一稀土氧化物浓度**

单位：mg/mL

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液标号 | Y2O3 | La2O3 | CeO2 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 |
| Ⅰ | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.1 |
| Ⅱ | 0.245 | 0.020 | 0.50 | 0.125 | 0.050 | 0.010 | 0.050 | 0.080 |
| Ⅲ | 0.695 | 0.080 | 0.20 | 0.695 | 0.15 | 0.030 | 0.15 | 0.060 |
| Ⅳ | 0.88 | 0.32 | 0.35 | 0.9 | 0.25 | 0.050 | 0.25 | 0.040 |
| Ⅴ | 1.23 | 0.60 | 0.25 | 1.15 | 0.35 | 0.070 | 0.35 | 0.020 |
| Ⅵ | 1.60 | 0.005 0 | 0.10 | 2.055 | 0.45 | 0.090 | 0.45 | 0.005 0 |
| Ⅷ | 2.35 | 1.00 | 0.050 | 0.50 | 0.50 | 0.002 5 | 0.50 | 0.002 5 |
| 标液标号 | Tb4O7 | Dy2O3 | Ho2O3 | Er2O3 | Tm2O3 | Yb2O3 | Lu2O3 | / |
| Ⅰ | 0.60 | 0.15 | 0.25 | 0.10 | 0.25 | 0.10 | 3.45 | / |
| Ⅱ | 0.48 | 0.12 | 0.20 | 0.080 | 0.20 | 0.080 | 2.76 | / |
| Ⅲ | 0.36 | 0.090 | 0.15 | 0.060 | 0.15 | 0.060 | 2.07 | / |
| Ⅳ | 0.24 | 0.060 | 0.10 | 0.040 | 0.10 | 0.040 | 1.38 | / |
| Ⅴ | 0.12 | 0.030 | 0.050 | 0.020 | 0.050 | 0.020 | 0.69 | / |
| Ⅵ | 0.030 | 0.007 5 | 0.0125 | 0.005 | 0.0125 | 0.005 0 | 0.172 5 | / |
| Ⅷ | 0.015 | 0.005 | 0.005 0 | 0.002 5 | 0.005 | 0.002 5 | 0.060 | / |

5.2.34　氩气（体积分数大于99.99%）。

5.3　仪器

5.3.1电感耦合等离子体原子发射光谱仪，分辨率<0.006 nm（200 nm处）。

5.3.2光源：氩等离子体光源。

5.4　样品

5.4.1离子型稀土矿混合稀土氧化物样品预先在105 ℃～110 ℃烘2 h，置于干燥器中，冷却至室温。

5.4.2草酸盐样品经950 ℃灼烧后，研磨均匀，立即称量。

5.4.3离子型稀土矿混合稀土碳酸盐直接称取。

5.4.4离子型稀土矿混合稀土料液直接移取。

5.5　分析步骤

5.5.1　试料

称取0.250 g样品（5.4）。

5.4.2　平行测定

独立地进行两次测定，取其平均值。

5.5.3　分析试液的制备

5.5.3.1混合稀土氧化物：称取试料（5.5.1）置于100 mL烧杯中，加入5 mL盐酸（5.2.16）[含铈高的样品加入5 mL硝酸（5.2.17）]，加入0.5 mL过氧化氢（5.2.18）于低温分解清亮。冷却至室温移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移取5 mL试液于100 mL烧杯中，加入2 mL盐酸（5.2.16），用水稀释至稀土浓度为25 mg/mL，混匀，待测。

5.5.3.2 混合稀土草酸盐：称取10 g试料置于100 mL烧杯中，经950 ℃灼烧l h后在干燥器中冷却至室温。以下按5.5.3.1进行。

5.5.3.3混合稀土碳酸盐：称取10 g置于100 mL烧杯中，加入20 mL水，5 mL盐酸（5.2.16）及1 mL过氧化氢（5.2.18）低温加热至溶解完全，冷取后移入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移取相当于氧化稀土质量0.25 g的试液于100 mL容量瓶中，以下按5.5.3.1进行。

5.5.3.4离子型稀土矿混合稀土料液：移取相当于氧化稀土质量0.25 g的料液于100 mL容量瓶中，以下按5.5.3.1进行。

5.5.4　系列标准溶液的制备

分别移取标准贮存溶液Ⅰ～Ⅷ（5.2.32）5.00 mL于7个100 mL容量瓶中，加入2.00 mL盐酸（5.2.16），冷却至室温后用水稀释至刻度，混匀。系列标准溶液中各稀土氧化物浓度见表13，系列标准溶液中各稀土氧化物配分量见表14。

表13　系列标准溶液各稀土氧化物浓度表

单位：μg/mL

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液标号 | Y2O3 | La2O3 | CeO2 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 |
| 1 | 172.50 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 138.00 | 12.25 | 1.00 | 25.00 | 6.25 | 2.50 | 0.50 | 2.50 |
| 3 | 103.50 | 34.75 | 4.00 | 10.00 | 34.75 | 7.50 | 1.50 | 7.50 |
| 4 | 69.00 | 44.00 | 16.00 | 17.50 | 45.00 | 12.50 | 2.50 | 12.50 |
| 5 | 34.50 | 61.50 | 30.00 | 12.50 | 57.50 | 17.50 | 3.50 | 17.50 |
| 6 | 8.625 | 80.00 | 0.25 | 5.00 | 102.75 | 22.50 | 4.50 | 22.50 |
| 7 | 3.00 | 117.50 | 50.00 | 2.50 | 25.00 | 25.00 | 0.125 | 25.00 |
| 标液标号 | Tb4O7 | Dy2O3 | Ho2O3 | Er2O3 | Tm2O3 | Yb2O3 | Lu2O3 | / |
| 1 | 5.00 | 30.00 | 7.50 | 12.50 | 5.00 | 12.50 | 5.00 | / |
| 2 | 4.00 | 24.00 | 6.00 | 10.00 | 4.00 | 10.00 | 4.00 | / |
| 3 | 3.00 | 18.00 | 4.50 | 7.50 | 3.00 | 7.50 | 3.00 | / |
| 4 | 2.00 | 12.00 | 3.00 | 5.00 | 2.00 | 5.00 | 2.00 | / |
| 5 | 1.00 | 6.00 | 1.50 | 2.50 | 1.00 | 2.50 | 1.00 | / |
| 6 | 0.25 | 1.50 | 0.375 | 0.625 | 0.25 | 0.625 | 0.25 | / |
| 7 | 0.125 | 0.75 | 0.25 | 0.25 | 0.125 | 0.25 | 0.125 | / |

表14　系列标准溶液各稀土氧化物配分量表

单位：%

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液标号 | Y2O3 | La2O3 | CeO2 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 |
| 1 | 69.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 |
| 2 | 55.20 | 4.90 | 0.40 | 10.00 | 2.50 | 1.00 | 0.20 | 1.00 |
| 3 | 41.40 | 13.90 | 1.60 | 4.00 | 13.90 | 3.00 | 0.60 | 3.00 |
| 4 | 27.60 | 17.60 | 6.40 | 7.00 | 18.00 | 5.00 | 1.00 | 5.00 |
| 5 | 13.80 | 24.60 | 12.00 | 5.00 | 23.00 | 7.00 | 1.40 | 7.00 |
| 6 | 3.45 | 32.00 | 0.10 | 2.00 | 41.10 | 9.00 | 1.80 | 9.00 |
| 7 | 1.20 | 47.00 | 20.00 | 1.00 | 10.00 | 10.00 | 0.050 | 10.00 |
| 标液标号 | Tb4O7 | Dy2O3 | Ho2O3 | Er2O3 | Tm2O3 | Yb2O3 | Lu2O3 | / |
| 1 | 2.00 | 12.00 | 3.00 | 5.00 | 2.00 | 5.00 | 2.00 | / |
| 2 | 1.60 | 9.60 | 2.40 | 4.00 | 1.60 | 4.00 | 1.60 | / |
| 3 | 1.20 | 7.20 | 1.80 | 3.00 | 1.20 | 3.00 | 1.20 | / |
| 4 | 0.80 | 4.80 | 1.20 | 2.00 | 0.80 | 2.00 | 0.80 | / |
| 5 | 0.40 | 2.40 | 0.60 | 1.00 | 0.40 | 1.00 | 0.40 | / |
| 6 | 0.10 | 0.60 | 0.15 | 0.25 | 0.10 | 0.25 | 0.10 | / |
| 7 | 0.050 | 0.30 | 0.10 | 0.10 | 0.050 | 0.10 | 0.050 | / |

5.5.5　测定

5.5.5.1　推荐分析线见表15。

表15　推荐分析线

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 分析线/ nm | 元素 | 分析线/ nm |
| 1. Y
 | 1. 244.219、320.332
 | 1. Tb
 | 1. 332.440
 |
| 1. La
 | 1. 408.672、379.477
 | 1. Dy
 | 1. 353.170
 |
| 1. Ce
 | 1. 413.765、413.380
 | 1. Ho
 | 1. 341.646
 |
| 1. Pr
 | 1. 405.654、424.293
 | 1. Er
 | 1. 326.478
 |
| 1. Nd
 | 1. 401.225
 | 1. Tm
 | 1. 313.126
 |
| 1. Sm
 | 1. 443.432、428.078
 | 1. Yb
 | 1. 289.138
 |
| 1. Eu
 | 1. 412.970
 | 1. Lu
 | 1. 261.542
 |
| 1. Gd
 | 1. 310.050
 |  |  |

5.5.5.2　将分析试液（5.5.3）和系列标准溶液（5.5.4）同时进行氩等离子体原子发射光谱测定。

5.6　试验数据处理

按式（2）计算十五个稀土元素氧化物配分量*c（RExOy/REO）*，以百分数计：

*c（*RExOy*/REO）*=ρRExOy∑ρRExOy×100%…………………（2）

式中：

ρRExOy——各待测稀土元素的氧化物（Y2O3、La2O3、……Lu2O3）浓度，单位为μg/mL；

∑ρRExOy——稀土元素的氧化物浓度之和，单位为μg/mL。

5.7精密度

5.7.1　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8种不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对样品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。

5.7.2　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16数据采用线性内插法或外延法求得。

表16　重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% | 再现性限(R)/% | 质量分数/% | 再现性限(R)/% |
| Y2O3/REO |  |  | Tb4O7/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| La2O3/REO |  |  | Dy2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| CeO2/REO |  |  | Ho2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Pr6O11/REO |  |  | Er2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Nd2O3/REO |  |  | Tm2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Sm2O3/REO |  |  | Yb2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Eu2O3/REO |  |  | Lu2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Gd2O3/REO |  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

5.7.3　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17数据采用线性内插法或外延法求得。

表17　重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% | 再现性限(R)/% | 质量分数/% | 再现性限(R)/% |
| Y2O3/REO |  |  | Tb4O7/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| La2O3/REO |  |  | Dy2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| CeO2/REO |  |  | Ho2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Pr6O11/REO |  |  | Er2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Nd2O3/REO |  |  | Tm2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Sm2O3/REO |  |  | Yb2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Eu2O3/REO |  |  | Lu2O3/REO |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
|  |  |  |
| Gd2O3/REO |  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |