

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

(送审稿)

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

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

本文件是GB/T 18882《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法》的第1部分。GB/T 18882已经发布了以下部分：

——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。

本文件代替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》。本文件包含两个方法，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。

本文件与GB/T 18882.1-2008相比，除结构调整和编辑性改动外，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、氯化稀土料液”（见1，2008版1、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1，2008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2，2008版10）；

d）方法1新增了碳酸盐、草酸盐、氯化稀土料液试料样片制备（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4.5.4，2008版6.4）；

g）更改了测定参数内标元素，由钒更改为钪或钒（见表7，2008版表3）；

h）更改了方法1和方法2的结果表达形式（见4.6、5.6，2008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、5.7，2008版8、17））

j）更改了方法2称取试样质量（见5.5.1，2008版15.1）

k）方法2新增了碳酸盐、草酸盐、氯化稀土料液试料样片制备（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5.5.4，2008版15.4）。

m）删除了质量保证和控制条款。

本文件由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口。

本部分主要起草单位：赣州有色冶金研究所有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、国家钨与稀土产品质量监督检验检测中心、包头稀土研究院、中国科学院海西研究院厦门稀土材料研究中心、湖南稀土金属材料研究院有限责任公司、江西理工大学、包头天和磁材科技股份有限公司、江阴加华新材料资源有限公司、赣州湛海新材料有限公司、包头华美稀土高科有限公司、北方稀土（集团）高科技股份有限公司。

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：

——2002年首次发布为GB/T 18882.2-2002和GB/T 18882.3-2002，2008年第一次修订为GB/T 18882.1-2008。

——本次为第二次修订。

引  言

离子型稀土矿是我国特有的优势矿产，离子型稀土资源富含中、重稀土元素，是技术产业发展中不可或缺的必要战略资源，是发光材料、高性能磁性材料、激光材料、磁致冷材料、光导纤维、陶瓷材料、磁致伸缩材料的主要成分，在有色金属中添加中、重稀土可以制成高性能有色金属、有色金属合成材料。我国开发南方离子型稀土资源已有三十余年的历史，离子型稀土的生产和应用快速发展，从矿山提取、冶炼到应用形成了较完整的工业生产体系。GB/T 18882旨在通过实验研究建立一套完整、切实可行、且适应于离子型稀土矿混合稀土氧化物产品生产和贸易需求的化学成分分析的方法标准。限于文件篇幅、使用需求、适用范围以及各分析方法之间的技术独立性等方面原因，GB/T 18882拟由3个部分组成。

——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。

离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法序列标准化文件主要依据离子型稀土矿混合稀土氧化物产品标准中技术指标而起草。自2002年以来，先后发布了2个版本的GB/T 18882。GB/T 18882.1-2008发布实施已十余年，但随着行业稀土产品与销售的新要求，离子型稀土矿中特有的铽、镥和铕等资源广泛应用于激光、永磁、核反应堆、光敏电阻器和荧光粉前驱体等高端新材料领域，原标准方法的检测下限偏高，已不能满足现有稀土产品的生产和交易的要求；同时随着技术进步，离子型矿山企业由原来的主要生产混合稀土氧化物改为生产碳酸稀土供应下游企业使用，原标准中未涵盖此类产品。鉴于此，确有必要对GB/T 18882.1-2008进行修订，确保标准适应行业变化和市场需求。

本文件扩大了方法适用范围，由原来适用于离子型稀土矿混合稀土氧化物（TREO≥80%）扩大为适用于离子型稀土矿混合稀土氧化物、碳酸盐、草酸盐、氯化稀土料液，并修改方法的检测范围，调整方法标准系列配置方式，更符合稀土行业对产品检测的需求。本文件进一步提高了标准的适用性，在提升离子型稀土矿混合稀土氧化物产品质量、促进其生产、贸易及扩大应用需求方面具有重要的意义。

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

本文件描述了离子型稀土矿混合稀土氧化物、碳酸盐、草酸盐、氯化稀土料液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、氯化稀土料液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 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，加入钪或钒内标溶液．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，计算出待测元素的相对含量。

4.2　试剂和材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

4.2.1　水，GB/T 6682，二级。。

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　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　钒内标溶液: 称取15.435 6 g已于105 ℃烘1 h的偏钒酸铵于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（4.2.16），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1毫升含6.00 mg五氧化二钒。

4.2.27　滤纸：φ50 mm，快速定性。

4.2.28　P10氩-甲烷气体：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 | 氧化镧4.2.3 | 氧化铈4.2.4 | 氧化镨4.2.5 | 氧化钕4.2.6 | 氧化钐4.2.7 | 氧化铕4.2.8 | 氧化钆4.2.9 | 氧化铽4.2.10 |
| 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 | 氧化镝4.2.11 | 氧化钇4.2.2 | 氧化钬4.2.12 | 氧化铒4.2.13 | 氧化铥4.2.14 | 氧化镱4.2.15 | 氧化镥4.2.16 | / |
| 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 | 氧化镧 | 氧化铈 | 氧化镨 | 氧化钕 | 氧化钐 | 氧化铕 | 氧化钆 | 氧化铽 |
| 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 | 氧化镝 | 氧化钇 | 氧化钬 | 氧化铒 | 氧化铥 | 氧化镱 | 氧化镥 | / |
| 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应在105 ℃～110 ℃烘干2 h，并置于干燥器中冷却至室温备用。

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离子型稀土矿混合氯化稀土料液直接移取。

4.5　试验步骤

4.5.1　试料

称取0.100 g试料（4.4）。

4.5.2　平行测定

平行做两份试验，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）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）或钒内标溶液（4.2.26），溶解清亮，混匀。

4.5.3.2　混合稀土草酸盐：称取10 g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（4.2.20）及1 mL过氧化氢（4.2.19）低温加热至溶解完全，冷却后移入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0.10 g的试液于100 mL烧杯中，以下按4.5.3.1进行

4.5.3.4　离子型稀土矿混合氯化稀土料液：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）或钒内标溶液（4.2.26），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 | 氧化镧 | 氧化铈 | 氧化镨 | 氧化钕 | 氧化钐 | 氧化铕 | 氧化钆 | 氧化铽 |
| 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 | 氧化镝 | 氧化钇 | 氧化钬 | 氧化铒 | 氧化铥 | 氧化镱 | 氧化镥 | / |
| 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 |
| 镧 | 铈 | 镨 | 钕 | 钐 | 铕 | 钆 | 铽 |
| 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 |
| 镝 | 钬 | 铒 | 铥 | 镱 | 镥 | 钇 | 钪/钒 |
| 分析线 | Lα1 | Lβ1 | Lβ1 | Lα1 | Lα1 | Lβ1 | Kα1 | Kα1/Kβ1 |
| 2θ° | 56.52 | 48.32 | 46.44 | 50.80 | 49.06 | 41.40 | 23.76 | 97.73/69.15 |

4.6　试验数据处理

十五个稀土元素氧化物配分量以百分数*c（RExOy/REO）*计，按公式（1）计算：

$c（RE\_{x}O\_{y}/REO）=\frac{W\_{RE\_{x}O\_{y}}}{∑W\_{RE\_{x}O\_{y}}}×100\%$…………………（1）

式中：

$w\_{RE\_{x}O\_{y}}$——各待测稀土元素的氧化物（Y2O3、La2O3、……Lu2O3）质量分数；

*∑*$w\_{RE\_{x}O\_{y}}$——稀土元素的氧化物质量分数之和。

当结果小于1.00 %时保留两位有效数字，当结果大于等于1.00 %时保留小数点后两位，数值修约按GB/T 8170的规定执行。

4.7　精密度

4.7.1　重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表8给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表8数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录A。

表8　重复性限(*r*)

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% | 重复性限(*r*)/% | 元素 | 质量分数/% | 重复性限(*r*)/% |
| Y2O3/REO | 42.970  | 0.504  | Tb4O7/REO | 1.048  | 0.035  |
| 33.110  | 0.356  | 1.000  | 0.053  |
| 37.743  | 0.434  | 0.981  | 0.058  |
| 63.300  | 0.495 | 1.242  | 0.059  |
| 13.883  | 0.273  | 0.415  | 0.034  |
| 6.257  | 0.143  | 0.187  | 0.023  |
| 56.255  | 0.428  | 1.488  | 0.043  |
| 23.360  | 0.332  | 0.691  | 0.038  |
| La2O3/REO | 9.788  | 0.233  | Dy2O3/REO | 6.471  | 0.210  |
| 16.757  | 0.242  | 5.870  | 0.155  |
| 13.249  | 0.281  | 6.135  | 0.174  |
| 1.354  | 0.085  | 9.888  | 0.277  |
| 24.246  | 0.325  | 2.401  | 0.101  |
| 38.121  | 0.344  | 1.050  | 0.086  |
| 4.902  | 0.119  | 9.147  | 0.150  |
| 20.670  | 0.380  | 4.106  | 0.062  |
| CeO2/REO | 2.992  | 0.104  | Ho2O3/REO | 1.331  | 0.112  |
| 3.033  | 0.124  | 1.114  | 0.109  |
| 2.835  | 0.106  | 1.202  | 0.110  |
| 0.374  | 0.044  | 3.054  | 0.164  |
| 1.337  | 0.054  | 0.433  | 0.046  |
| 16.961  | 0.221  | 0.195  | 0.021  |
| 1.472  | 0.045  | 2.123  | 0.082  |
| 7.526  | 0.155  | 0.859  | 0.060  |
| Pr6O11/REO | 3.219  | 0.100  | Er2O3/REO | 3.802  | 0.128  |
| 4.643  | 0.094  | 2.922  | 0.128  |
| 3.855  | 0.163  | 3.403  | 0.170  |
| 0.497  | 0.045  | 3.607  | 0.118  |
| 8.446  | 0.172  | 1.232  | 0.094  |
| 8.669  | 0.169  | 0.527  | 0.039  |
| 1.598  | 0.075  | 4.367  | 0.089  |
| 4.795  | 0.129  | 1.942  | 0.065  |
| Nd2O3/REO | 12.767  | 0.347  | Tm2O3/REO | 0.057  | 0.068  |
| 17.284  | 0.271  | 0.386  | 0.038  |
| 14.764  | 0.212  | 0.477  | 0.048  |
| 1.901  | 0.127  | 1.805  | 0.083  |
| 41.164  | 0.619  | 0.142  | 0.015  |
| 25.413  | 0.193  | <0.1 | - |
| 6.398  | 0.192  | 1.267  | 0.072  |
| 20.428  | 0.196  | 0.398  | 0.014  |
| Sm2O3/REO | 4.611  | 0.207  | Yb2O3/REO | 3.731  | 0.105  |
| 5.092  | 0.142  | 2.341  | 0.128  |
| 4.728  | 0.256  | 3.056  | 0.108  |
| 1.859  | 0.103  | 9.080  | 0.133  |
| 2.179  | 0.097  | 0.945  | 0.047  |
| 0.961  | 0.073  | 0.397  | 0.037  |
| 2.315  | 0.078  | 4.335  | 0.134  |
| 6.046  | 0.109  | 1.672  | 0.058  |
| Eu2O3/REO | 0.154  | 0.028  | Lu2O3/REO | 0.545  | 0.082  |
| 0.212  | 0.031  | 0.341  | 0.046  |
| 1.254  | 0.067  | 0.435  | 0.065  |
| 0.146  | 0.018  | 1.019  | 0.084  |
| 0.567  | 0.043  | 0.143  | 0.037  |
| <0.1 | - | <0.1 | - |
| <0.1 | - | 1.292  | 0.084  |
| 0.767  | 0.031  | 0.325  | 0.040  |
| Gd2O3/REO | 5.809  | 0.190  | - | - | - |
| 5.892  | 0.134  | - | - | - |
| 5.716  | 0.179  | - | - | - |
| 0.896  | 0.028  | - | - | - |
| 2.506  | 0.158  | - | - | - |
| 1.105  | 0.087  | - | - | - |
| 2.954  | 0.077  | - | - | - |
| 6.384  | 0.086  | - | - | - |

4.7.2　再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表9给出的平均值范围内，这两个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9数据采用线性内插法或外延法求得。

表9　再现性限（*R*）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% | 再现性限(*R*)/% | 元素 | 质量分数/% | 再现性限(*R*)/% |
| Y2O3/REO | 42.970  | 0.725  | Tb4O7/REO | 1.048  | 0.060  |
| 33.110  | 0.367  | 1.000  | 0.110  |
| 37.743  | 0.675  | 0.981  | 0.087  |
| 63.300  | 0.551  | 1.242  | 0.092  |
| 13.883  | 0.348  | 0.415  | 0.062  |
| 6.257  | 0.304  | 0.187  | 0.047  |
| 56.255  | 0.456  | 1.488  | 0.092  |
| 23.360  | 0.552  | 0.691  | 0.041  |
| La2O3/REO | 9.788  | 0.300  | Dy2O3/REO | 6.471  | 0.300  |
| 16.757  | 0.419  | 5.870  | 0.309  |
| 13.249  | 0.351  | 6.135  | 0.186  |
| 1.354  | 0.167  | 9.887  | 0.563  |
| 24.246  | 0.374  | 2.401  | 0.202  |
| 38.121  | 0.530  | 1.050  | 0.138  |
| 4.902  | 0.187  | 9.147  | 0.197  |
| 20.670  | 0.481  | 4.106  | 0.177  |
| CeO2/REO | 2.992  | 0.184  | Ho2O3/REO | 1.331  | 0.138  |
| 3.033  | 0.203  | 1.114  | 0.143  |
| 2.835  | 0.213  | 1.202  | 0.133  |
| 0.374  | 0.073  | 3.054  | 0.165  |
| 1.337  | 0.092  | 0.049  | 0.059  |
| 16.961  | 0.330  | 0.195  | 0.034  |
| 1.472  | 0.051  | 2.123  | 0.199  |
| 7.526  | 0.303  | 0.859  | 0.074  |
| Pr6O11/REO | 3.219  | 0.130  | Er2O3/REO | 3.802  | 0.224  |
| 4.643  | 0.159  | 2.922  | 0.173  |
| 3.855  | 0.196  | 3.403  | 0.199  |
| 0.497  | 0.062  | 3.607  | 0.300  |
| 8.446  | 0.219  | 1.222  | 0.142  |
| 8.669  | 0.223  | 0.527  | 0.066  |
| 1.598  | 0.093  | 4.367  | 0.111  |
| 4.795  | 0.171  | 1.942  | 0.165  |
| Nd2O3/REO | 12.767  | 0.400  | Tm2O3/REO | 0.057  | 0.072  |
| 17.284  | 0.401  | 0.386  | 0.058  |
| 14.764  | 0.301  | 0.477  | 0.064  |
| 1.901  | 0.152  | 1.805  | 0.176  |
| 41.164  | 0.797  | 0.142  | 0.036  |
| 25.413  | 0.393  | <0.1 | - |
| 6.398  | 0.188  | 1.267  | 0.113  |
| 20.428  | 0.367  | 0.398  | 0.021  |
| Sm2O3/REO | 4.611  | 0.283  | Yb2O3/REO | 3.731  | 0.233  |
| 5.092  | 0.211  | 2.341  | 0.157  |
| 4.728  | 0.269  | 3.056  | 0.182  |
| 1.859  | 0.162  | 9.080  | 0.243  |
| 2.179  | 0.135  | 0.945  | 0.083  |
| 0.961  | 0.093  | 0.397  | 0.052  |
| 2.315  | 0.143  | 4.335  | 0.177  |
| 6.046  | 0.199  | 1.672  | 0.308  |
| Eu2O3/REO | 0.154  | 0.034  | Lu2O3/REO | 0.545  | 0.113  |
| 0.212  | 0.048  | 0.341  | 0.096  |
| 1.254  | 0.126  | 0.435  | 0.082  |
| 0.146  | 0.033  | 1.019  | 0.117  |
| 0.567  | 0.074  | 0.143  | 0.057  |
| <0.1 | - | <0.1 | - |
| <0.1 | - | 1.292  | 0.125  |
| 0.767  | 0.038  | 0.325  | 0.055  |
| Gd2O3/REO | 5.809  | 0.240  | - | - | - |
| 5.892  | 0.190  | - | - | - |
| 5.716  | 0.233  | - | - | - |
| 0.896  | 0.076  | - | - | - |
| 2.506  | 0.243  | - | - | - |
| 1.105  | 0.113  | - | - | - |
| 2.954  | 0.130  | - | - | - |
| 6.384  | 0.133  | - | - | - |

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。

5.2.1　水，GB/T 6682，二级。

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

5.2.17　盐酸（ρ＝1.19 g/mL）。

5.2.18　硝酸（ρ＝1.42 g/mL）。

5.2.19　过氧化氢[*w*（H2O2）≥30%]。

5.2.20　氧化钇标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化钇（5.2.2）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.17）和1 mL过氧化氢（5.2.19），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。

5.2.21　氧化镧标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化钇（5.2.3）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.17）和1 mL过氧化氢（5.2.19），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。

5.2.22　氧化铈标准贮存溶液：称取0.200 0 g氧化铈（5.2.4）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL硝酸（5.2.18）和1 mL过氧化氢（5.2.19），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。

5.2.23　氧化镨标准贮存溶液：称取0.500 0 g氧化镨（5.2.5）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.17）和1 mL过氧化氢（5.2.19），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。

5.2.24　氧化钕标准贮存溶液：称取0.500 0 g氧化钕（5.2.6）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.17）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。

5.2.25　氧化钐标准贮存溶液：称取0.500 0 g氧化钐（5.2.7）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.17）和1 mL过氧化氢（5.2.19），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。

5.2.26　氧化铕标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化铕（5.2.8）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.17）和1 mL过氧化氢（5.2.19），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。

5.2.27　氧化钆标准贮存溶液：称取0.500 0 g氧化钆（5.2.9）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.17）和1 mL过氧化氢（5.2.19），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。

5.2.28　氧化铽标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化铽（5.2.10）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.17）和1 mL过氧化氢（5.2.19），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。

5.2.29　氧化镝标准贮存溶液：称取0.300 0 g氧化镝（5.2.11）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.17）和1 mL过氧化氢（5.2.19），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。

5.2.30　氧化钬标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化钬（5.2.12）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.17）和1 mL过氧化氢（5.2.19），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。

5.2.31　氧化铒标准贮存溶液：称取0.500 0 g氧化铒（5.2.13）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.17）和1 mL过氧化氢（5.2.19），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。

5.2.32　氧化铥标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化铥（5.2.14）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.17）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。

5.2.33　氧化镱标准贮存溶液：称取0.500 0 g氧化镱（5.2.15）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.17）和1 mL过氧化氢（5.2.19），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。

5.2.34　氧化镥标准贮存溶液：称取0.100 0 g氧化镥（5.2.16）于100 mL烧杯中，用水湿润，加入5 mL盐酸（5.2.17）和1 mL过氧化氢（5.2.19），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。

5.2.35　标准贮存溶液Ⅰ～Ⅸ：按表10称取各单一稀土氧化物(5.2.2～5.2.16)于200 mL烧杯中，用水湿润，加入10 mL盐酸（5.2.17）和1 mL过氧化氢（5.2.19），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(5.2.20～5.2.34)于200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含5.00 mg稀土氧化物，各单一稀土氧化物浓度见表12。

表10　标准贮存溶液Ⅰ～Ⅸ各单一稀土氧化物称样量

单位：g

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液编号 | 氧化钇5.2.2 | 氧化镧5.2.3 | 氧化铈5.2.4 | 氧化镨5.2.5 | 氧化钕5.2.6 | 氧化钐5.2.7 | 氧化铕5.2.8 | 氧化钆5.2.9 |
| 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 |
| Ⅸ | 0.731 0 | / | 0.160 0 | / | 0.049 0 | / | / | / |
| 标液编号 | 氧化铽5.2.10 | 氧化镝5.2.11 | 氧化钬5.2.12 | 氧化铒5.2.13 | 氧化铥5.2.14 | 氧化镱5.2.15 | 氧化镥5.2.16 | / |
| Ⅰ | / | 0.120 0 | / | / | / | / | / | / |
| Ⅱ | / | 0.096 0 | / | / | / | / | / | / |
| Ⅲ | / | 0.072 0 | / | / | / | / | / |  |
| Ⅳ | / | / | / | / | / | / |  | / |
| Ⅴ | / | / | / | / | / | / |  | / |
| Ⅵ | / | / | / | / | / | / | / | / |
| Ⅷ | / | / | / | / | / | / | / | / |
| Ⅸ | / | / | / | / | / | / | / | / |

表11　标准贮存溶液Ⅰ～Ⅸ各单一稀土氧化物移取量

单位：mL

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液编号 | 氧化钇5.2.20 | 氧化镧5.2.21 | 氧化铈5.2.22 | 氧化镨5.2.23 | 氧化钕5.2.24 | 氧化钐5.2.25 | 氧化铕5.2.26 | 氧化钆5.2.27 |
| 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 | / |
| Ⅸ | / | 5.00 | / | 1.00 | / | 1.00 | 20.00 | 1.00 |
| 标液编号 | 氧化铽5.2.28 | 氧化镝5.2.29 | 氧化钬5.2.30 | 氧化铒5.2.31 | 氧化铥5.2.32 | 氧化镱5.2.33 | 氧化镥5.2.34 | / |
| Ⅰ | 20.00 | / | 30.00 | 10.00 | 20.00 | 10.00 | 20.00 | / |
| Ⅱ | 16.00 | / | 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 | / |
| Ⅸ | / | / | / | / | / | / | / | / |

表12　标准贮存溶液Ⅰ～Ⅸ各单一稀土氧化物浓度

单位：mg/mL

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液标号 | 氧化钇 | 氧化镧 | 氧化铈 | 氧化镨 | 氧化钕 | 氧化钐 | 氧化铕 | 氧化钆 |
| 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 |
| Ⅸ | 3.655 | 0.125 | 0.80 | 0.025 | 0.245 | 0.025 | 0.010 | 0.025 |
| 标液标号 | 氧化铽 | 氧化镝 | 氧化钬 | 氧化铒 | 氧化铥 | 氧化镱 | 氧化镥 | / |
| 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 | / |
| Ⅸ | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |

5.2.36　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。在仪器最佳工作条件下，凡达到下列指标者均可使用：

——分辨率<0.006 nm（200 nm处）；

——精密度：1.0 μg/mL的铜标准溶液测量11次，其信号强度的相对标准偏差不超过2.5 %。

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应在105 ℃～110 ℃烘干2 h，并置于干燥器中冷却至室温备用。

5.4.2离子型稀土矿混合稀土草酸盐样品经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样品直接称取。

5.4.4离子型稀土矿混合氯化稀土料液直接移取。

5.5　试验步骤

5.5.1　试料

称取0.250 g样品（5.4）。

5.4.2　平行测定

平行做两份试验，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（5.2.17）[含铈高的样品加入5 mL硝酸（5.2.18）]，加入0.5 mL过氧化氢（5.2.19）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（5.2.17），用水稀释至稀土浓度为25 mg/mL，混匀，若有不溶物，干过滤，待测。

5.5.3.2 混合稀土草酸盐：称取10 g试料（5.5.1）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试料（5.5.1）置于100 mL烧杯中，加入20 mL水，5 mL盐酸（5.2.17）及1 mL过氧化氢（5.2.19）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离子型稀土矿混合氯化稀土料液：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5.00 mL标准贮存溶液Ⅰ～Ⅸ（5.2.35）于7个100 mL容量瓶中，加入2.00 mL盐酸（5.2.17），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 | 氧化钇 | 氧化镧 | 氧化铈 | 氧化镨 | 氧化钕 | 氧化钐 | 氧化铕 | 氧化钆 |
| 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 |
| 8 | 182.75 | 6.25 | 40.00 | 1.25 | 12.25 | 1.25 | 5.00 | 1.25 |
| 标液标号 | 氧化铽 | 氧化镝 | 氧化钬 | 氧化铒 | 氧化铥 | 氧化镱 | 氧化镥 | / |
| 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 | / |
| 8 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |

表14　系列标准溶液各稀土氧化物配分量表

单位：%

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液标号 | 氧化钇 | 氧化镧 | 氧化铈 | 氧化镨 | 氧化钕 | 氧化钐 | 氧化铕 | 氧化钆 |
| 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 |
| 8 | 73.10 | 2.50 | 16.00 | 0.50 | 4.90 | 0.50 | 2.00 | 0.50 |
| 标液标号 | 氧化铽 | 氧化镝 | 氧化钬 | 氧化铒 | 氧化铥 | 氧化镱 | 氧化镥 | / |
| 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 | / |
| 8 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | / |

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. 钇
 | 1. 244.219、320.332、371.029
 | 1. 铽
 | 1. 332.440
 |
| 1. 镧
 | 1. 408.672、379.477
 | 1. 镝
 | 1. 353.170
 |
| 1. 铈
 | 1. 413.765、413.380
 | 1. 钬
 | 1. 341.646
 |
| 1. 镨
 | 1. 405.654、424.293
 | 1. 铒
 | 1. 326.478
 |
| 1. 钕
 | 1. 401.225
 | 1. 铥
 | 1. 313.126
 |
| 1. 钐
 | 1. 443.432、428.078
 | 1. 镱
 | 1. 289.138
 |
| 1. 铕
 | 1. 412.970
 | 1. 镥
 | 1. 261.542
 |
| 1. 钆
 | 1. 310.050
 | 1. /
 | 1. /
 |

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

十五个稀土元素氧化物配分量以百分数*c（RExOy/REO）*计，按公式（2）计算：

$c（RE\_{x}O\_{y}/REO）=\frac{ρ\_{RE\_{x}O\_{y}}}{∑ρ\_{RE\_{x}O\_{y}}}×100\%$…………………（2）

式中：

$ρ\_{RE\_{x}O\_{y}}$——各待测稀土元素的氧化物（Y2O3、La2O3、……Lu2O3）浓度，单位为μg/mL；

$∑ρ\_{RE\_{x}O\_{y}}$——稀土元素的氧化物浓度之和，单位为μg/mL。

当结果小于1.00 %时保留两位有效数字，当结果大于等于1.00 %时保留小数点后两位，数值修约按GB/T 8170的规定执行。

5.7精密度

5.7.1　重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表16给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5 %，重复性限（*r*）按表16数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录B。

表16　重复性限(*r*)

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% | 重复性限(*r*)/% | 元素 | 质量分数/% | 重复性限(*r*)/% |
| Y2O3/REO | 42.856  | 0.379  | Tb4O7/REO | 1.055  | 0.063  |
| 32.959  | 0.261  | 1.003  | 0.034  |
| 37.879  | 0.281  | 1.003  | 0.045  |
| 63.279  | 0.384  | 1.271  | 0.043  |
| 13.761  | 0.309  | 0.407  | 0.018  |
| 6.189  | 0.134  | 0.185  | 0.016  |
| 56.082  | 0.225  | 1.545  | 0.041  |
| 23.366  | 0.277  | 0.711  | 0.020  |
| La2O3/REO | 10.025  | 0.245  | Dy2O3/REO | 6.538  | 0.128  |
| 17.019  | 0.189  | 5.967  | 0.142  |
| 13.397  | 0.187  | 6.129  | 0.143  |
| 1.349  | 0.042  | 9.956  | 0.201  |
| 24.305  | 0.332  | 2.496  | 0.100  |
| 38.080  | 0.400  | 1.124  | 0.079  |
| 4.906  | 0.136  | 9.290  | 0.150  |
| 20.846  | 0.215  | 4.190  | 0.073  |
| CeO2/REO | 3.031  | 0.076  | Ho2O3/REO | 1.284  | 0.074  |
| 3.095  | 0.164  | 1.081  | 0.045  |
| 2.866  | 0.102  | 1.158  | 0.035  |
| 0.384  | 0.024  | 3.013  | 0.106  |
| 1.354  | 0.056  | 0.443  | 0.018  |
| 17.041  | 0.269  | 0.203  | 0.019  |
| 1.503  | 0.050  | 2.173  | 0.079  |
| 7.480  | 0.126  | 0.854  | 0.023  |
| Pr6O11/REO | 3.254  | 0.149  | Er2O3/REO | 3.845  | 0.144  |
| 4.713  | 0.115  | 2.959  | 0.108  |
| 3.894  | 0.149  | 3.393  | 0.114  |
| 0.521  | 0.025  | 3.503  | 0.120  |
| 8.601  | 0.134  | 1.206  | 0.066  |
| 8.935  | 0.184  | 0.545  | 0.022  |
| 1.611  | 0.091  | 4.409  | 0.088  |
| 4.900  | 0.211  | 1.972  | 0.057  |
| Nd2O3/REO | 12.751  | 0.222  | Tm2O3/REO | 0.590  | 0.024  |
| 17.154  | 0.285  | 0.403  | 0.020  |
| 14.639  | 0.246  | 0.500  | 0.017  |
| 1.854  | 0.053  | 1.760  | 0.074  |
| 41.118  | 0.418  | 0.170  | 0.011  |
| 25.065  | 0.281  | 0.077  | 0.006  |
| 6.342  | 0.145  | 1.268  | 0.055  |
| 20.126  | 0.193  | 0.401  | 0.017  |
| Sm2O3/REO | 4.479  | 0.160  | Yb2O3/REO | 3.809  | 0.132  |
| 4.994  | 0.118  | 2.342  | 0.071  |
| 4.641  | 0.114  | 3.108  | 0.111  |
| 1.798  | 0.080  | 9.257  | 0.168  |
| 2.094  | 0.076  | 0.954  | 0.026  |
| 0.934  | 0.029  | 0.430  | 0.014  |
| 2.248  | 0.045  | 4.419  | 0.165  |
| 6.022  | 0.137  | 1.679  | 0.049  |
| Eu2O3/REO | 0.150  | 0.014  | Lu2O3/REO | 0.544  | 0.035  |
| 0.196  | 0.013  | 0.311  | 0.015  |
| 1.285  | 0.035  | 0.432  | 0.021  |
| 0.155  | 0.013  | 1.018  | 0.067  |
| 0.550  | 0.019  | 0.125  | 0.011  |
| 0.082  | 0.010  | 0.061  | 0.004  |
| 0.075  | 0.004  | 1.268  | 0.028  |
| 0.793  | 0.020  | 0.355  | 0.020  |
| Gd2O3/REO | 5.749  | 0.167  | - | - | - |
| 5.747  | 0.151  | - | - | - |
| 5.598  | 0.181  | - | - | - |
| 0.861  | 0.046  | - | - | - |
| 2.425  | 0.064  | - | - | - |
| 1.061  | 0.048  | - | - | - |
| 2.852  | 0.073  | - | - | - |
| 6.309  | 0.111  | - | - | - |

5.7.2　再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表17给出的平均值范围内，这两个测试结果的测定值的绝对差值不超过再现性限（*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　再现性限(*R*)

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% | 再现性限(*R*)/% | 元素 | 质量分数/% | 再现性限(*R*)/% |
| Y2O3/REO | 42.856  | 0.692  | Tb4O7/REO | 1.055  | 0.088  |
| 32.959  | 0.406  | 1.003  | 0.069  |
| 37.879  | 0.456  | 1.003  | 0.056  |
| 63.279  | 0.405  | 1.271  | 0.062  |
| 13.761  | 0.309  | 0.407  | 0.033  |
| 6.189  | 0.153  | 0.185  | 0.029  |
| 56.082  | 0.457  | 1.545  | 0.084  |
| 23.366  | 0.509  | 0.711  | 0.023  |
| La2O3/REO | 10.025  | 0.274  | Dy2O3/REO | 6.538  | 0.174  |
| 17.019  | 0.252  | 5.967  | 0.168  |
| 13.397  | 0.386  | 6.129  | 0.151  |
| 1.349  | 0.080  | 9.956  | 0.225  |
| 24.305  | 0.432  | 2.496  | 0.140  |
| 38.080  | 0.407  | 1.124  | 0.093  |
| 4.906  | 0.234  | 9.290  | 0.172  |
| 20.846  | 0.450  | 4.190  | 0.165  |
| CeO2/REO | 3.031  | 0.139  | Ho2O3/REO | 1.284  | 0.112  |
| 3.095  | 0.215  | 1.081  | 0.108  |
| 2.866  | 0.140  | 1.158  | 0.090  |
| 0.384  | 0.035  | 3.013  | 0.113  |
| 1.354  | 0.075  | 0.443  | 0.030  |
| 17.041  | 0.285  | 0.203  | 0.023  |
| 1.503  | 0.107  | 2.173  | 0.094  |
| 7.480  | 0.170  | 0.854  | 0.034  |
| Pr6O11/REO | 3.254  | 0.180  | Er2O3/REO | 3.845  | 0.238  |
| 4.713  | 0.287  | 2.959  | 0.116  |
| 3.894  | 0.292  | 3.393  | 0.159  |
| 0.521  | 0.045  | 3.503  | 0.227  |
| 8.601  | 0.160  | 1.206  | 0.099  |
| 8.935  | 0.234  | 0.545  | 0.048  |
| 1.611  | 0.107  | 4.409  | 0.229  |
| 4.900  | 0.283  | 1.972  | 0.097  |
| Nd2O3/REO | 12.751  | 0.373  | Tm2O3/REO | 0.590  | 0.055  |
| 17.154  | 0.381  | 0.403  | 0.034  |
| 14.639  | 0.301  | 0.500  | 0.029  |
| 1.854  | 0.115  | 1.760  | 0.106  |
| 41.118  | 0.606  | 0.170  | 0.020  |
| 25.065  | 0.335  | 0.077  | 0.009  |
| 6.342  | 0.317  | 1.268  | 0.065  |
| 20.126  | 0.392  | 0.401  | 0.027  |
| Sm2O3/REO | 4.479  | 0.194  | Yb2O3/REO | 3.809  | 0.195  |
| 4.994  | 0.210  | 2.342  | 0.090  |
| 4.641  | 0.134  | 3.108  | 0.135  |
| 1.798  | 0.094  | 9.257  | 0.231  |
| 2.094  | 0.095  | 0.954  | 0.039  |
| 0.934  | 0.040  | 0.430  | 0.031  |
| 2.248  | 0.089  | 4.419  | 0.206  |
| 6.022  | 0.207  | 1.679  | 0.070  |
| Eu2O3/REO | 0.150  | 0.018  | Lu2O3/REO | 0.544  | 0.061  |
| 0.196  | 0.019  | 0.311  | 0.026  |
| 1.285  | 0.042  | 0.432  | 0.037  |
| 0.155  | 0.039  | 1.018  | 0.071  |
| 0.550  | 0.028  | 0.125  | 0.023  |
| 0.082  | 0.013  | 0.061  | 0.005  |
| 0.075  | 0.011  | 1.268  | 0.031  |
| 0.793  | 0.034  | 0.355  | 0.038  |
| Gd2O3/REO | 5.749  | 0.194  | - | - | - |
| 5.747  | 0.169  | - | - | - |
| 5.598  | 0.193  | - | - | - |
| 0.861  | 0.054  | - | - | - |
| 2.425  | 0.126  | - | - | - |
| 1.061  | 0.066  | - | - | - |
| 2.852  | 0.119  | - | - | - |
| 6.309  | 0.150  | - | - | - |