

**发布**

**中华人民共和国工业和信息化部**

**202X-XX-XX 实施**

**202X-XX-XX发布**

稀土氧化物中杂质元素化学分析方法

辉光放电质谱法

Methods for chemical analysis of rare earth oxides

Determination of trace impurity elements contents

Glow discharge mass spectrometry

（送审稿）

**XB/T XXX—202X**

**中华人民共和国行业标准**

ICS 77.120.99

H 65

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国稀土标准化技术委员会归口并负责解释。

本文件起草单位：包头稀土研究院、国合通用测试评价认证股份公司、国标（北京）检验认证有限公司、湖南稀土金属材料研究院有限责任公司、国家钨与稀土产品质量监督检验中心、北矿检测技术有限公司、中国科学院海西研究院厦门稀土材料研究中心。

本文件主要起草人：

本文件为首次发布。引 言

1. 随着分离工艺的发展，更多种类的单一稀土氧化物相对纯度高于5N，提出了对于高纯稀土氧化物绝对纯度的检测需求。目前对于单一稀土氧化物的杂质分析，采用ICP-AES、ICP-MS、ICP-MS/MS、分光光度法等微、痕量湿法分析技术，个别种类稀土氧化物的相对纯度最高可测到5N5；大部分非稀土杂质元素的分析下限在1μg/g ~5μg/g，氯离子的分析下限更是达50μg/g。因此，采用湿法分析技术不仅可测得的相对纯度有限，而且不能实现绝对纯度4N及以上的高纯稀土氧化物的分析。
2. 辉光放电质谱是一种利用辉光放电产生离子，并用磁电双聚焦质谱进行检测的分析技术，具有固体直接测定、灵敏度高、检测限低、基体效应小、可分析元素多、多元素同时测定和线性动态范围宽等优点，使其成为固体材料特别是高纯无机材料中杂质检测的重要手段。本文件结合各类高纯稀土氧化生产贸易需求，通过试验研究确定了条件参数，实现了73种杂质元素的测定，为行业内16种高纯稀土氧化物绝对纯度的测定提供了规范的辉光放电质谱分析测试方法，助力稀土产业高质量发展。

稀土氧化物中杂质元素化学分析方法

辉光放电质谱法

1. **范围**

本文件规定了氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化钐、氧化铕、氧化钆、氧化铽、氧化镝、氧化钬、氧化铒、氧化铥、氧化镱、氧化镥、氧化钇和氧化钪中73种杂质元素含量的测定方法。

本文件适用于氧化镧、氧化铈、氧化镨、氧化钕、氧化钐、氧化铕、氧化钆、氧化铽、氧化镝、氧化钬、氧化铒、氧化铥、氧化镱、氧化镥、氧化钇和氧化钪中73种杂质元素含量的测定，测定范围见表1。

本文件不适用于表2所列稀土氧化物中杂质元素的测定。对于离子源部件为钽材料的仪器，不适用于所有稀土氧化物中Au、Ta的测定。

**表1 测定范围**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **元素** | **测定范围****μg/g** | **元素** | **测定范围****μg/g** | **元素** | **测定范围****μg/g** | **元素** | **测定范围****μg/g** |
| Li | 0.050~10 | Co | 0.050~10 | Cd | 0.050~10 | Yb | 0.050~20 |
| Be | 0.050~10 | Ni | 0.050~10 | Sn | 0.10~10 | Lu | 0.050~20 |
| B | 0.10~10 | Cu | 0.050~10 | Sb | 0.050~10 | Hf | 0.050~10 |
| F | 0.50~10 | Zn | 0.10~20 | I | 0.50~10 | Ta | 0.050~10 |
| Na | 0.50~50 | Ga | 0.10~10 | Te | 0.10~10 | W | 0.050~10 |
| Mg | 0.050~10 | Ge | 0.10~10 | Cs | 0.10~10 | Re | 0.050~10 |
| Al | 0.10~50 | As | 0.10~10 | Ba | 0.10~10 | Os | 0.050~10 |
| Si | 1.0~50 | Br | 0.10~10 | La | 0.050~20 | Ir | 0.050~10 |
| P | 0.50~50 | Se | 0.10~10 | Ce | 0.050~20 | Pt | 0.050~10 |
| S | 0.50~50 | Rb | 0.050~10 | Pr | 0.050~20 | Au | 0.050~10 |
| K | 1.0~50 | Sr | 0.050~10 | Nd | 0.050~20 | Hg | 0.050~10 |
| Cl | 0.10~150 | Y | 0.050~20 | Sm | 0.050~20 | Tl | 0.050~10 |
| Ca | 0.050~50 | Zr | 0.050~10 | Eu | 0.050~20 | Pb | 0.050~10 |
| Sc | 0.050~10 | Nb | 0.050~10 | Gd | 0.050~20 | Bi | 0.050~10 |
| Ti | 0.050~10 | Mo | 0.050~10 | Tb | 0.050~20 | Th | 0.050~10 |
| V | 0.050~10 | Ru | 0.050~10 | Dy | 0.050~20 | U | 0.050~10 |
| Cr | 0.050~10 | Rh | 0.050~10 | Ho | 0.050~20 | / | / |
| Mn | 0.050~10 | Pd | 0.050~10 | Er | 0.050~20 | / | / |
| Fe | 0.50~50 | Ag | 0.050~10 | Tm | 0.050~20 | / | / |

**表2 不适用的稀土氧化物中的元素**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **基体** | **元素** | **基体** | **元素** | **基体** | **元素** |
| 氧化铈 | Gd、Tb | 氧化铕 | Tm | 氧化铒 | W、Re |
| 氧化镨 | Tb | 氧化钆 | Yb、Lu | 氧化铥 | Re |
| 氧化钕 | Tb、Dy、Ho | 氧化镝 | Hf | 氧化镱 | Os、Ir |
| 氧化钐 | Dy、Ho、Er、Tm | 氧化铽 | Lu | 氧化镥 | Ir |

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 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

[GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定](https://www.spc.org.cn/online/0d8033e9d51623858fcb239e82ed5fd2.html%22%20%5Co%20%22GB/T%208170-2008%20%E6%95%B0%E5%80%BC%20%E4%BF%AE%20%E7%BA%A6%20%E8%A7%84%E5%88%99%20%E4%B8%8E%20%E6%9E%81%E9%99%90%20%E6%95%B0%E5%80%BC%20%E7%9A%84%20%E8%A1%A8%E7%A4%BA%20%E5%92%8C%20%E5%88%A4%E5%AE%9A%20)

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

1. **术语和定义**

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

相对灵敏度因子Relative Sensitive Factor

进行辉光放电质谱分析时，用于校正基体对不同元素的影响及不同元素灵敏度差异的因子，简写为RSF，采用标准样品进行测定。

注1：按式（1）计算稀土氧化物中元素X的相对灵敏度因子（RSF）：

$RSF\_{\left({X}/{RE}\right)}=\frac{w\_{X1}×A\_{X1}×I\_{RE}1×10^{−6}}{A\_{RE1}×I\_{X1}×k}$………………… (1)

式中：

*w*X1 —— 稀土氧化物标准样品（5.2）中元素X的质量分数（标准值），单位为微克每克（μg/g）；

*A*X1——元素X的同位素丰度；

*I*RE1—— 稀土氧化物准样品（5.2）基体元素的同位素谱峰强度，单位为每秒计数（cps）；

*A*RE1——稀土氧化物准样品（5.2）基体元素的同位素丰度；

*I*X1——稀土氧化物准样品（5.2）中元素X的同位素谱峰强度，单位为每秒计数（cps）；

*k*——各稀土基体元素单质与其氧化物的换算系数，见表3。

**表3 换算系数**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **基体元素** | ***k*** | **基体元素** | ***k*** |
| La CePrNdSmEuGdTb | 0.85260.81400.82770.85730.86240.86360.86760.8502 | DyHo ErTmYbLuYSc | 0.87130.87300.87450.87560.87820.87940.78740.6519 |

1. **方法提要**

 稀土氧化物样品采用第二阴极法制成样片，作为阴极在辉光离子源中进行辉光放电。其表面原子被等离子体中带电粒子轰击发生溅射，溅射产生的原子被离子化后，离子束通过电场加速进入磁质谱仪，在选定的待测元素同位素质量处测定谱峰强度，谱峰强度按照预设的扫描点数和积分时间对应的峰面积进行积分。无标准样品时，计算机根据仪器软件自带的“标准相对灵敏度因子”自动计算出各元素的质量分数，得到半定量分析结果；可获得标准样品时，须在与被测试样相同的分析条件下对标准样品进行独立测定以校正相对灵敏度因子，应用校正后的相对灵敏度因子计算各元素的质量分数，得到定量分析结果。

1. **试剂和材料**

除非另有说明，在分析中仅使用确认为MOS级及以上试剂和符合GB/T 6682规定的一级水。

5.1 铟箔：将高纯铟（*w* In≥99.9999%)用压片机（6.2）压成箔状。对于低速流辉光放电质谱仪，铟箔直径控制约15 mm、厚度约0.5 mm；对于高速流辉光放电质谱仪，控制铟箔直径约30mm、厚度约1 mm。将铟箔置于硝酸（5.5）中清洗约30 s，再用一级水超声清洗30 min，取出，于100℃烘箱中烘干备用。

5.2 稀土氧化物标准样品：在可获得的情况下，待测杂质元素的指定值在方法测定范围内。

5.3 高纯钽校正样品（*w*Ta ≥ 99.99%）。

5.4 铜校正样品，含有铝、铁、锡、铅元素（*w*x ≥ 10 μg/g）。

5.5 硝酸 (1+1)。

5.6 高纯氩气（体积分数≥99.9999%）。

1. **仪器设备**
	1. 辉光放电质谱仪：质量分辨率大于3000；工作环境温度20℃~24℃，温度变化不大于1℃/h，相对湿度不大于65%。
	2. 压片机。
	3. 超声清洗机。
	4. 烘箱：最高工作温度大于110℃。
2. **样品**

样品因含水分量较高导致放电不稳定时，应于105℃烘箱（6.4）中烘1 h，置于干燥器中，冷却至室温后，再进行试验。对于氧化镧、氧化钕样品，如因含水分较高导致放电不稳定，不适用于本方法。

1. **分析步骤**

**8.1样片制备**

取10~20 mg样品（7）置于铟箔（5.1）的中间位置，摊平、铺开成近似圆形薄层，在试料表面盖一张称量纸，用聚四氟乙烯棒将样品压实，使试料粘附嵌入到铟箔（5.1）表面，轻轻抖落未粘附的少量试料。对于低速流仪器和高速流仪器，样品薄层直径分别控制在3 mm~5 mm和7 mm~8 mm。

**8.2 仪器准备**

8.2.1 检测器校正：采用高纯钽（5.3）对辉光放电质谱仪（6.1）的检测器进行校正，使痕量、微量、主体元素信号强度产生线性关联。

8.2.2 质量校正：用高纯钽校正样品（5.3）、铜校正样品（5.4）分别对低速流、高速流辉光放电质谱仪（6.1）定期进行质量数校正，校正周期根据具体仪器的质量漂移频率确定。

注：在测试过程中如发现有质量峰漂移，应立即停止测试，进行质量校正。

**8.3 空白试验**

在与试样相同的仪器条件下测量空白样品。若空白样品不可获得时，应测试铟箔（5.1）的空白值。

**8.4 测定：**

8.4.1试样装入：

样片（8.1）制备完成后，应立即装载到辉光放电离子源中，尽量缩短样品清洁表面在实验室环境的暴露时间。

8.4.2 半定量分析

开启辉光，对样片（8.1）进行放电溅射，调节放电参数至基体元素的放电电流不小于2×10-10 A，或离子信号强度不小于1×109 CPS。按照表4和表5选择的待测元素同位素进行测量，观察元素信号强度下降情况，直至连续3次测量数据的相对标准偏差满足表6的要求时，即认为已溅射去除了表面沾污层，并完成测量。采用仪器软件自带的相对灵敏度因子（RSF），进行被测元素含量的计算。最后3次测量数据的平均值作为测定结果。

**表4 通用的测量元素同位素**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 同位素 | 元素 | 同位素 | 元素 | 同位素 | 元素 | 同位素 |
| Li | 7 | Co | 59 | Cd | 111 | Yb | 174 |
| Be | 9 | Ni | 58 | Sn | 119 | Lu | 175 |
| B | 11 | Cu | 63 | Sb | 121/123 | Hf | 178 |
| F | 19 | Zn | 64/66 | I | 127 | Ta | 181 |
| Na | 23 | Ga | 69 | Te | 128/130 | W | 184/186 |
| Mg | 24 | Ge | 70 | Cs | 133 | Re | 185/187 |
| Al | 27 | As | 75 | Ba | 138 | Os | 192 |
| Si | 28 | Br | 79 | La | 139 | Ir | 191/193 |
| P | 31 | Se | 82 | Ce | 140 | Pt | 195 |
| S | 32 | Rb | 85 | Pr | 141 | Au | 197 |
| K | 39 | Sr | 88 | Nd | 146 | Hg | 202 |
| Cl | 35 | Y | 89 | Sm | 147 | Tl | 205 |
| Ca | 44 | Zr | 90 | Eu | 151/153 | Pb | 208 |
| Sc | 45 | Nb | 93 | Gd | 157 | Bi | 209 |
| Ti | 48 | Mo | 95 | Tb | 159 | Th | 232 |
| V | 51 | Ru | 102 | Dy | 163 | U | 238 |
| Cr | 52 | Rh | 103 | Ho | 165 | / | / |
| Mn | 55 | Pd | 106 | Er | 166 | / | / |
| Fe | 56 | Ag | 107 | Tm | 169 | / | / |

**表5 特殊稀土氧化物的测量元素同位素**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 基体 | 元素 | 同位素 | 基体 | 元素 | 同位素 | 基体 | 元素 | 同位素 |
| 氧化镧 | Gd | 160 | 氧化钕 | Hf | 177 | 氧化镱 | W | 182 |
| 氧化镧 | Hf | 177 | 氧化钐 | Nd | 142 | 氧化镥 | Os | 189 |
| 氧化铈 | Ge | 73 | 氧化钆 | Hf | 180 | 氧化钇 | Pd | 108 |
| 氧化铈 | Sb | 123 | 氧化铽 | Gd | 155 | 氧化钇 | Ag | 109 |
| 氧化镨 | Gd | 156 | 氧化镝 | Gd | 155 | 氧化钇 | Zr | 91 |
| 氧化镨 | Hf | 180 | 氧化镝 | Yb | 171 | 氧化钪 | Cu | 65 |
| 氧化钕 | Sb | 123 | 氧化铒 | Dy | 161 | 氧化钪 | Zr | 91 |
| 氧化钕 | Er | 170 | 氧化铒 | Hf | 177 | 氧化钪 | Rb | 87 |

**表6 单次测定的精密度要求**

| **含量范围** **μg/g** | **相对标准偏差**  **%** |
| --- | --- |
| 0.05~0.5 | 30 |
| 0.5~5 | 20 |
| 5~50 | 10 |
| 50~150 | 5 |

8.4.3 定量分析

8.4.3.1相对灵敏度因子（RSF）的测定

使用稀土氧化物标准样品（5.2）按8.4.2进行测定，得到稀土基体元素和被测元素的同位素谱峰强度。8.4.3.2 样品测量

样片（8.1）按照8.4.2进行测量，采用测得的相对灵敏度因子（RSF），进行被测元素含量的计算。最后3次测量数据的平均值作为测定结果。

1. **试验数据处理**

待测元素的含量以质量分数*w*计，按式(2)计算：

$w\_{X2}=RSF\_{({X}/{RE})}×\frac{I\_{X2}×A\_{RE2}}{A\_{X2}×I\_{RE2}}×k×10^{6}−w\_{X0}$.............................(2)

式中：

*RSF*(X/RE)——待测元素的相对灵敏度因子；

*I*X2——样品中待测元素的同位素谱峰强度，单位为每秒计数（cps）；

*IRE2*——样品中基体元素的同位素谱峰强度，单位为每秒计数（cps）；

*A* X2——样品中待测元素的同位素丰度；

*ARE2*——样品中基体元素的同位素丰度；

*k*——各稀土元素单质与其氧化物的换算系数，见表7。

*w*X0——空白样品或铟箔中待测元素空白值，单位为µg/g。

分析结果由计算机直接给出。元素含量以µg/g表示，结果小于0.1 µg/g，取小数点后一位有效数字；结果大于0.1 µg/g并小于10 µg/g，取两位有效数字；结果大于等于10 µg/g，只取整数部分的有效数字。数值修约按GB/T 8170的规定执行。

1. **精密度**

**10.1精密度原始数据及统计**

精密度数据是在2021年12月至2022年8月，由6家实验室对16种稀土氧化物中的34种元素进行协同试验确定的。每个实验室对16种稀土氧化物中的34种元素在重复性条件下独立测定6次。测试过程中，采用了3种稀土氧化物标准样品和13种稀土氧化物控制样品对相对灵敏度因子（RSF）进行了测定，并采用测定后的相对灵敏度因子（RSF）计算测试结果。试验数据按GB/T 6379.2进行统计分析。

**10.2重复性**

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(*r*)，超过重复性限(*r*)的情况不超过5%。重复性限(*r*)按表7数据采用线性内插法或外延法求得：

**表7 重复性限**

| **元素** | **质量分数μg/g** | **重复性限μg/g** | **元素** | **质量分数μg/g** | **重复性限μg/g** | **元素** | **质量分数μg/g** | **重复性限μg/g** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Na | 1.4 | 0.4  | Ni | 0.06  | 0.08  | Eu | 0.16  | 0.14  |
| 7.7 | 1.7 | 0.64 | 0.57 | 2.2 | 1.1 |
| 16 | 6 | 2.4 | 1.0 | 8.8 | 1.5 |
| 57  | 12  | 4.3 | 1.4 |  |  |
| Mg | 0.47 | 0.62 | Co | 0.03 | 0.05 | Gd | 0.13  | 0.32  |
| 1.8 | 1.0 | 0.19 | 0.25 | 3.8 | 1.3 |
| 3.5 | 1.3 | 0.56 | 0.43 | 4.4  | 1.6  |
| 8.6 | 2.2 | 1.4 | 1.0 |  |  |
| Al | 2.3 | 1.1  | Cu | 0.63 | 0.71 | Tb | 0.07  | 0.06  |
| 4.7  | 1.8  | 2.0 | 1.1 | 0.17 | 0.26  |
| 10 | 4 | 5.9  | 3.5  | 2.8 | 0.8 |
| 45 | 7 |  |  | 5.8 | 1.8 |
| Si | 6.5 | 1.9 | Zn | 0.40  | 0.25  | Dy | 0.46  | 0.57  |
| 13 | 4 | 1.6 | 0.8 | 1.4 | 0.9 |
| 22 | 5 | 7.3  | 2.2 | 11 | 3  |
|  |  | 14  | 4 |  |  |
| P | 1.2 | 0.5 | As | 0.50  | 0.19 | Ho | 0.29  | 0.24  |
| 3.0 | 1.5 | 0.97  | 0.33  | 2.3  | 0.7 |
| 5.6 | 1.8 |  |  | 3.2  | 0.8 |
| 31 | 8 |  |  |  |  |
| Cl | 8.8 | 5.7 | Sr | 0.06 | 0.03 | Er | 0.29 | 0.45 |
| 51 | 7 | 0.14 | 0.05 | 1.4  | 0.6 |
| 97 | 14 | 3.7 | 0.7 | 7.6  | 2.1  |
| 153 | 19 |  |  |  |  |
| K | 2.6 | 0.8 | Y | 0.14 | 0.10 | Tm | 0.09 | 0.04 |
| 4.5 | 2.1 | 1.1 | 0.4 | 0.64  | 0.58  |
| 20 | 7 | 2.4  | 0.9 | 2.0  | 0.7  |
| 25 | 8 | 13 | 3 |  |  |
| Ca | 3.9 | 0.7 | La | 0.42  | 0.50  | Yb | 0.34 | 0.65 |
| 13 | 5 | 1.9  | 0.8 | 1.5 | 1.2 |
| 21 | 5 | 3.6  | 0.8  | 6.6  | 2.2  |
| 59 | 7 | 9.2  | 1.0  |  |  |
| Sc | 0.06 | 0.07  | Ce | 0.14  | 0.20  | Lu | 0.08 | 0.13 |
| 0.84 | 0.49 | 1.2 | 0.8 | 0.57 | 0.33 |
| 1.6 | 0.6 | 3.6  | 0.8  | 4.9 | 1.1 |
|  |  | 10 | 1.2 | 12  | 1.0  |
| Ti | 0.09  | 0.11  | Pr | 0.18  | 0.18  | Pb | 0.16 | 0.25 |
| 0.53 | 0.47 | 1.4  | 0.5  | 0.81 | 0.56 |
| 1.2 | 0.8 | 9.7 | 1.9 | 2.9 | 1.0 |
| 5.7 | 1.1 | 40 | 5 |  |  |
| Mn | 0.71 | 0.48 | Nd | 0.26  | 0.37  |  |  |  |
| 1.9 | 0.6 | 2.9 | 1.7 |  |  |
| 5.3 | 1.6 | 6.6 | 1.7 |  |  |
|  |  | 16 | 3 |  |  |
| Fe | 0.44  | 0.35  | Sm | 0.17  | 0.35  |  |  |  |
| 3.8 | 1.3 | 2.9 | 0.9 |  |  |
| 5.2  | 1.4  | 6.3 | 2.3 |  |  |
| 14 | 6 | 18 | 3 |  |  |

**10.3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，在以下给出的平均值范围内，两个测试结果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8数据采用线性内插法或外延法求得：

**表8 再现性限**

| **元素** | **质量分数μg/g** | **再现性限μg/g** | **元素** | **质量分数μg/g** | **再现性限μg/g** | **元素** | **质量分数μg/g** | **再现性限μg/g** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Na | 1.4 | 1.0 | Ni | 0.06  | 0.11  | Eu | 0.16  | 0.31  |
| 7.7 | 1.9 | 0.64 | 0.95 | 2.2 | 1.7 |
| 16 | 5.7 | 2.4 | 1.5 | 8.8 | 2.3 |
| 57  | 13 | 4.3 | 2.2 |  |  |
| Mg | 0.47 | 0.69 | Co | 0.03 | 0.05 | Gd | 0.13  | 0.33  |
| 1.8 | 1.3 | 0.19 | 0.25 | 3.8 | 1.7 |
| 3.5 | 1.6 | 0.56 | 0.43 | 4.4  | 1.9  |
| 8.6 | 2.5 | 1.4 | 1.0 |  |  |
| Al | 2.3 | 2.2  | Cu | 0.63 | 0.92 | Tb | 0.07  | 0.20  |
| 4.7  | 2.9 | 2.0 | 1.9 | 0.17 | 0.30  |
| 10 | 4 | 5.9  | 3.2 | 2.8 | 1.3 |
| 45 | 8 |  |  | 5.8 | 2.3 |
| Si | 6.5 | 2.2 | Zn | 0.40  | 0.31  | Dy | 0.46  | 0.65  |
| 13 | 4 | 1.6 | 1.3 | 1.4 | 1.0 |
| 22 | 5 | 7.3  | 3.5 | 11 | 4 |
|  |  | 14  | 6 |  |  |
| P | 1.2 | 0.7 | As | 0.50  | 0.58 | Ho | 0.29  | 0.31  |
| 3.0 | 1.6 | 0.97  | 0.90  | 2.3  | 1.3  |
| 5.6 | 2.2 |  |  | 3.2  | 1.5  |
| 31 | 11 |  |  |  |  |
| Cl | 8.8 | 5.8 | Sr | 0.06 | 0.09 | Er | 0.29 | 0.48 |
| 51 | 8 | 0.14 | 0.18 | 1.4  | 1.5  |
| 97 | 15 | 3.7 | 1.4 | 7.6  | 2.4  |
| 153 | 20 |  |  |  |  |
| K | 2.6 | 1.0 | Y | 0.14 | 0.29 | Tm | 0.09 | 0.15 |
| 4.5 | 2.3 | 1.1 | 1.2 | 0.64  | 0.74  |
| 20 | 7 | 2.4  | 1.3  | 2.0  | 1.9 |
| 25 | 9 | 13 | 3.8  |  |  |
| Ca | 3.9 | 1.0 | La | 0.42  | 0.79  | Yb | 0.34 | 0.70 |
| 13 | 5 | 1.9  | 1.4  | 1.5 | 1.3 |
| 21 | 6 | 3.6  | 1.5  | 6.6  | 2.5  |
| 59 | 7 | 9.2  | 2.4  |  |  |
| Sc | 0.06 | 0.13  | Ce | 0.14  | 0.20  | Lu | 0.08 | 0.15 |
| 0.84 | 0.62 | 1.2 | 1.3 | 0.57 | 0.41 |
| 1.6 | 0.8 | 3.6  | 1.7  | 4.9 | 1.5 |
|  |  | 10 | 3 | 12  | 3 |
| Ti | 0.09  | 0.13  | Pr | 0.18  | 0.40  | Pb | 0.16 | 0.27 |
| 0.53 | 0.56 | 1.4  | 1.1  | 0.81 | 0.61 |
| 1.2 | 0.8 | 9.7 | 1.9 | 2.9 | 1.5 |
| 5.7 | 2.7 | 40 | 7 |  |  |
| Mn | 0.71 | 0.88 | Nd | 0.26  | 0.57  |  |  |  |
| 1.9 | 1.4 | 2.9 | 2.2 |  |  |
| 5.3 | 2.1 | 6.6 | 2.4 |  |  |
|  |  | 16 | 7 |  |  |
| Fe | 0.44  | 0.44  | Sm | 0.17  | 0.38  |  |  |  |
| 3.8 | 2.2 | 2.9 | 1.2 |  |  |
| 5.2  | 3.2  | 6.3 | 3.1 |  |  |
| 14 | 6 | 18 | 7 |  |  |