离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法

第4部分：三氧化二铁含量的测定

编制说明(送审稿）

福建省长汀金龙稀土有限公司检测中心

2023年9月15日

**《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学方法 第4部分：三氧化二铁含量的测定**

**电感耦合等离子体发射光谱法》**

**编制说明（送审稿）**

1. **工作简况**

1.任务来源

2022年9月27日，全国稀土标准化技术委员会召开了2022年第七次稀土标准制修订工作会，落实工信部下达的国家标准《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学方法 第4部分：三氧化二铁含量的测定》的制定计划，由福建省长汀金龙稀土有限公司负责制定，计划号为20220750-T-469，项目周期为22个月，完成年限为2024年。2023年6月14日至6月16日， 2023年全国稀土标准化技术委员会第四次稀土标准工作会议于贵阳召开，会上各专家对《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法 第4部分：三氧化二铁含量的测定》的方法名称进行了认真、细致讨论，认为本标准仅有一个方法，名称中宜增加“电感耦合等离子体发射光谱法”，故方法名称更改为：《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学方法 第4部分：三氧化二铁含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》

1. 项目编制组简况

2.1 编制组成员单位

编制组由福建省长汀金龙稀土有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、赣州有色冶金研究所有限公司、国合通用测试评价认证股份有限公司、北方稀土（集团）高科技股份有限公司、赣州稀土友利科技开发有限公司、江西理工大学、国瑞科创稀土功能材料（赣州）有限公司等8家单位组成。本项目组起草人员长期从事化学分析检测工作，擅长电感耦合等离子体光谱、电感耦合等离子体质谱、X- 射线荧光光谱等设备的应用及方法开发，多次参与国家、行业标准的制修订工作，能够保证本项目计划的顺利完成。

2.2 负责起草单位简介

**福建省长汀金龙稀土有限公司：**(以下简称长汀金龙) 福建省长汀金龙稀土有限公司是厦门钨业的控股子公司，主要从事稀土冶炼分离、稀土金属及合金、稀土磁性材料及其他稀土功能材料的研发与生产。公司占地800亩，厂房建筑面积20万平方米，总投资40亿元，目前已建成5000吨稀土分离、3000吨稀土金属、2000吨高纯稀土氧化物、1300吨三基色荧光粉、12000吨钕铁硼磁性材料、5000吨钕铁硼表面处理生产线，拥有从稀土矿开采—稀土分离—稀土金属—精深加工（荧光粉、磁性材料）等较为完整的产业链。经多年不懈努力，金龙稀土得到了社会各界的肯定与重视，获评创建世界一流示范企业、国家级技术创新示范企业、高新技术企业、国家级绿色工厂、博士后工作站、福建省企业技术中心、福建省工程技术研究中心、福建省重点实验室、福建省知识产权优势企业、福建省科技型企业、福建省创新型企业、福建省战略性新兴产业骨干企业、福建省服务型制造示范企业、福建战略性新兴产业100强等荣誉。

金龙稀土检测中心主要从事稀土冶炼分离和稀土深加工材料的检测服务，涉及领域包括成分分析、物理性能分析、机械性能分析、磁性能分析、环境可靠性分析领域。现检测中心有90余人，工程师以上职称8人，拥有国内外先进的精密分析仪器共100多台/套，总价值超过3400万元，并于2015年通过了中国合格评定国家认可委员会（CNAS）认可，按照 ISO/IEC 17025 国际实验室管理体系要求开展检测活动。作为长期从事稀土材料开发与应用单位，金龙稀土近三年先后主导和参与了《铥镱镥富集物》、《铥镱镥富集物化学分析方法》《烧结钕铁硼绿色工厂评价要求》等39项稀土国家/行业标准的制/修订工作，拥有多名经验丰富的标准制修订专家。

2.3 参与起草单位简介

**虔东稀土集团股份有限公司:**(以下简称虔东集团)是一家专业从事稀土各类产品生产经营的民营企业。经过30年的快速发展，虔东集团由最初的金属冶炼企业发展成为一家集稀土基础材料、稀土功能材料、稀土应用产品开发和稀土加工装备制造为一体的稀土开发综合性企业集团，旗下拥有赣州科力稀土新材料有限公司、东利高技术、科瑞精密磁材、力赛科等10多家子公司和控股公司。公司已初步建立了完整的科研、试验、生产、检测体系和具有国内先进水平的稀土分离、稀土金属、稀土磁性材料、稀土结构陶瓷、稀土资源回收、稀土加工设备制造等生产线。主要生产稀土化合物、稀土金属、稀土合金、磁性材料、钇锆结构陶瓷和稀土深加工设备等60余种产品。公司自1988年创办以来，紧紧依靠科技进步，先后组织实施了国家“863计划”项目、国家“星火计划”项目、国家“火炬计划”项目、国家“重点新产品”项目、国家“创新基金计划”项目等70多个国家、省、市级新产品的研制和开发。虔东集团自2002年来一直致力于标准化工作研究，至今主持制修订了多项国、行标准：《钕铁硼废料》、《稀土复合钇锆粉》、《金属铈》、《镨钕氧化物》、《金属钐》、《钕铁硼废料化学分析方法》、《钕铁硼合金化学分析方法》、《稀土废渣废水化学分析方法》等等，参与了多项标准的起草及验证工作，在稀土标准的制修订方面，累积了丰富的经验。

**赣州有色冶金研究所有限公司：**(以下简称赣研所) 赣州有色冶金研究所有限公司正式成立于1952年，前身可溯源于1937年的江西钨锡公司化验室，成为新中国冶金系统最早成立的三个科研院所之一，1984年5月直属于中国有色金属工业总公司后，注册正名为“赣州有色冶金研究所”。2021年1月，单位改制更名为“赣州有色冶金研究所有限公司”，现隶属于整合后的江西钨业控股集团有限公司，并承担江西钨业控股集团有限公司技术中心和博士后科研工作站运行和管理的工作职责。赣研所公司是离子型稀土矿的发现和命名单位，牵头起草制定了现行全部系列的离子型稀土矿化学分析方法国家、行业标准、技术开采规范和离子型稀土矿产品标准。为整合检测资源，发挥规模效应，强化对内对外服务。2022年12月，由赣研所公司牵头负责在赣研所分析检测中心的基础上，联合华兴、华茂、友泰等企业检测试验，进行整合组建成立了“赣州冶研所检测技术服务有限公司”（以下简称赣研检测公司）。赣研检测公司拥有CNAS和CMA(国家级)实验室资质认可\认定证书。国内第一部钨精矿质量标准和钨精矿化学分析方法国家标准由公司制定，进十几年来，主持和参与制（修）订钨、稀土、钽铌等有色金属矿及其制品和分析检测方法国家标准112项，行业标准48项，团体标准5项，研制国家标准物质/标准样品6个。

**国瑞科创稀土功能材料（赣州）有限公司:**（以下简称国瑞科创）国瑞科创稀土功能材料（赣州）有限公司是国家稀土功能材料创新中心（以下简称创新中心）依托运行公司-国瑞科创稀土功能材料有限公司在江西省赣州市设立的全资子公司，注册资金4800万元，具体负责国家稀土功能材料创新中心的建设与运营。国家稀土功能材料创新中心是《中国制造2025》等文件确定建设的22个领域国家制造业创新中心之一， 2020年3月30日，国家工业和信息化部正式批复组建国家稀土功能材料创新中心，并在江西省稀土功能材料创新中心和内蒙古稀土功能材料创新中心的基础上升级建设。

创新中心围绕稀土磁性、发光、合金等功能材料和二次资源回收利用等领域建设技术及应用推广中心、公共技术服务中心等4中心，包含11个平台开展建设。重点攻克高端稀土功能材料设计、加工、制造一体化技术，稀土新材料批量化制备的关键技术，前沿稀土新材料开发及应用技术等，形成集关键共性技术研发、中试孵化、测试验证和成果转移转化为一体的新型创新平台。

**国合通用测试评价认证股份有限公司：**（以下简称国合通测）国合通用测试评价认证股份公司（国合通测）是中央企业有研科技集团有限公司控股子公司，创始于1952年。作为有色金属大国的检测科技支撑，国合通测持续推动金属材料测试评价技术进步和行业标准化建设，在70年的发展历程中，取得180余项部级以上科技成果，参与起草国际、国家和行业标准770余项，研制国家标准物质（标准样品）190余个，为中国有色金属工业体系建立与发展作出了重要。

**北方稀土（集团）高科技股份有限公司:** （以下简称北方稀土）中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司（以下简称“北方稀土”）始建于1961年，1997年9月在上海证券交易所上市，成为全国首家稀土上市公司，是我国稀土行业的龙头企业，也是中国乃至世界最大的稀土产业基地。经过50多年的发展，北方稀土已拥有40余家控股、参股公司，分布全国10个省市自治区，逐步构建起从稀土选矿、冶炼、深加工到终端应用的完整产业链条，公司主要生产经营稀土原料产品、稀土功能材料产品及部分稀土终端应用产品，其中，稀土原料产品包括稀土盐类、稀土氧化物及稀土金属，是下游稀土功能材料及新材料产品生产加工企业的主要生产原料；稀土功能材料产品包括稀土磁性材料、抛光材料、贮氢材料、发光材料、催化材料，主要用于生产制造所属产业领域内的应用产品，如磁体、抛光粉（液）、镍氢电池、荧光粉、催化剂等；稀土终端应用产品包括镍氢动力电池、稀土永磁磁共振仪、LED 灯珠、稀土永磁电机。 公司产品主要以国内市场销售为主，部分产品出口。成为了集稀土生产、科研、贸易、资本运作于一体的跨地区、跨所有制、多领域、现代化高科技企业集团。公司是中国乃至全球最大的轻稀土产品供应商，是我国稀土行业六大稀土集团之一。近年来，在国家稀土开采、生产总量控制计划指标分配中，公司获得的矿产品和冶炼分离产品分配量均占据分配总量的 50%以上，指标获得量进一步增强了公司资源优势，凸显了公司行业地位。

**江西理工大学分析测试中心：**(以下简称江西理工)是具有独立开展检测业务活动的分析测试机构，自2003年成立以来， 已拥有总价值约6,000万元的先进大中型分析测试仪器，总面积约2000平方米，在成分与结构分析方面的仪器设备已基本配套， 并于2006年通过资质认定(计量认定)，中心具有雄厚的师资力量与技术力量，是为学校教学、科研提供分析测试服务的公共大平台，也是分析测试技术、方法的研发中心和培养高层次人才的重要实验基地。同时它面向社会开放，积极为地方的科研、经济建设服务。目前，中心拥有等离子体发射光谱仪、等离子体质谱仪、X荧光光谱仪、场发射扫描电子显微镜、高分辨透射电子显微镜、多晶X射线衍射仪、X射线光电子能谱仪、电子探针X射线显微分析仪、单晶衍射仪、热分析系统、激光共焦拉曼光谱、多功能材料物理特性测量系统等40余台的各类大型分析仪器和试验装置。主要分析测试业务范围包括：无机物和有机物成份与结构分析、表面分析、微区形貌及成份分析、热分析和物性测定分析以及未知物质和复杂体系的分离、鉴定等分析测试服务。 分析测试中心特别在稀土元素的检测方面，做了大量的工作。能够从开采、提取生产到冶炼，以及后面的稀土新材料，提供全面的检测服务。可以测定微量到超高纯6N的稀土元素产品的成分检测和稀土新材料的表面结构、微区分析和磁性能等的检测。特别是超高纯稀土元素的检测，是中心在稀土检测领域首次完成不需分离，直接测定。为稀土光学玻璃、荧光粉等新材料的开发研究，提供了支持。

**赣州稀土友利科技开发有限公司：**（以下简称赣州友利）赣州稀土友力科技开发有限公司成立于2011年7月，注册资本2亿元，为中国南方稀土集团有限公司下属子公司，是全国设计生产能力排名前列的稀土废料回收加工企业，承担了国家南方离子型稀土中试基地、钕铁硼废料综合回收利用两个科研项目，具备1000吨/年高性能钕铁硼永磁材料及6000吨/年钕铁硼废料综合利用的生产处理能力。赣州稀土友力科技开发有限公司位于中国稀金谷的核心区域，占地面积103亩，建有厂房25000㎡ 、办公楼及宿舍楼5000㎡、化验室1500㎡，员工规模160人。公司内设人力资源部、生产部、技术部、经营部、财务部、安全环境部等部门，内控制度健全，治理结构完善，通过了ISO9001质量管理体系、ISO14001环境管理体系及ISO45001职业健康安全管理体系的三体系认证，拥有发明专利一项、实用新型发明专利六项，是一家响应国家号召构建资源节约、环保节能的国家级高新技术企业。公司主营业务为离子型稀土分离与二次资源利用新技术、新工艺、新设备、新产品的研究开发与技术服务，稀土产品、钕铁硼磁性材料、钕铁硼废料的加工和销售，稀土中试设备的销售，主要产品有氧化镨钕、氧化镝、氧化铽、钕铁硼永磁材料等，在业界广受好评。公司凭借快速稳健的发展荣获赣州市2017年度及2018年度“成长型企业奖”。公司坚持以优质的产品、完善的服务、务实的价格满足客户的需求。公司将不断跟踪国内外先进技术动态，加强新产品的研发与设计，优化生产技术管理，严格控制工艺流程，不断提升市场竞争力,为赣州市稀土行业做出应有的贡献。

* 1. 主要工作成员及承担工作情况

本标准主要起草人及承担工作情况见表1。

表1 主要起草人及承担工作情况

|  |  |
| --- | --- |
| 起草人 | 工作职责 |
| 王金凤、王宝华 | 负责方法的起草，各阶段标准文本、编制说明的编写、数据统计及组织协调。 |
| 黄荣兴 | 协助完成方法的起草，协助完成精密度实验数据 |
| 温斌、江媛、曾雪花、赖旺 | 作为一验，对标准方法条件实验进行了验证，并完成精密度数据 |
| 王伟生、刘为振、刘鹏宇、杨复光、李淑萍、孙浩然、胡巍钟、刘和连、叶信宇 | 作为二验，提供验证方法的精密度数据 |

1. 项目背景

3.1 项目的必要性简述

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。离子型稀土矿作为生产氯化稀土和氧化稀土的最重要的原材料，其质量影响着后端稀土萃取分离效果及氧化物的品质。铁是离子型混合稀土氧化物中最常见的杂质元素之一，现行大多数稀土产品的国家标准都对铁有控制要求。铁杂质元素不仅仅影响稀土产品的质量，同时也制约着稀土产品的应用范围。鉴于此，有必要增加GB/T 18882的第4部分：三氧化二铁含量的测定。

3.2 项目的可行性简述

电感耦合等离子体发射光谱法具有检出限低、线性范围宽、可多元素同时测定等优势，在稀土行业中广泛运用已几十年的历史，各项分析技术已非常成熟。《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法 第4部分：三氧化二铁含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》通过系统的试验和多家实验室的验证，具有操作简单、快速、准确的优势。有利于在各类检测机构推广应用，对于促进我国稀土产品的生产和贸易具有重要意义。

1. 主要工作过程

4.1 预研阶段

福建省长汀金龙稀土有限公司在总结对离子型稀土矿混合稀土氧化物中三氧化二铁含量的测定检测经验的基础上，对离子型稀土矿混合稀土氧化物中三氧化二铁含量的测定进行条件试验，初步形成试验方法。

2020 年11月，提交《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法 第4部分：三氧化二铁含量的测定》国家标准项目建议书。

4.2 立项阶段

2020年11月向全国稀标委秘书处提交了本项目的项目建议书、立项论证报告、草案稿，正式申请立项。全国稀土标委会对本项目立项进行了意见征集并组织了全体委员进行投票，最终通过了本项目的立项请求，并上报国标委获批立项。

2022年9月27日全国稀土标准化技术委员会于网络召开“2022年第七次稀土标准制修订工作会”，会议完成了2022年下达的12项稀土国家标准制修订计划的任务落实。会议确定《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法 第4部分：三氧化二铁含量的测定》负责起草单位为福建省长汀金龙稀土有限公司；一验单位为虔东稀土集团股份有限公司、赣州有色冶金研究所有限公司；二验单位为国合通用测试评价认证股份公司、北方稀土（集团）高科技有限责任公司、赣州稀土友利科技开发有限公司、江西理工大学、国瑞科创稀土功能材料（赣州）有限公司等8家单位。会议确定了项目的时间进度安排等。

4.3 起草阶段

福建省长汀金龙稀土有限公司接受任务后，立即成立了国家标准《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学方法 第4部分：三氧化二铁含量的测定》研发小组。

 2023年1月，建立方法验证微信沟通群。

2023年3月，完成了5个不同水平含量的统一样品的制备，其中1#统一样为草酸稀土烧成的稀土氧化物，2#为碳酸稀土烧成的氧化物，3#、4#和5#为混合稀土氧化物。

2023年4月30日，完成《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法 第4部分：三氧化二铁含量的测定》方法研究报告。

 2023年5月9日，完成统一样品的邮寄，并将《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法 第4部分：三氧化二铁含量的测定》方法研究报告发给验证单位。

2023年5月11日，完成验证单位统一样品签收确认。

2023年5月29日，中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司，返回二验验证报告。

2023年6月5日，赣州有色冶金研究所有限公司和虔东稀土集团股份有限公司，返回一验验证报告，江西理工大学和国瑞科创稀土功能材料（赣州）有限公司返回二验验证报告

2023年6月6日，国合通用测试评价认证股份公司、赣州稀土友利科技开发有限公司，返回二验验证报告。

截止2023年6月6日，各验证单位（2家一验，5家二验）完成标准的验证工作并返回验证报告。

除文字外的修改，在验证过程中，各验证单位提出意见见表2

表2验证单位意见汇总表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 1 |  | 建议增加261.187nm的Fe线； 该意见不采纳。 | 虔东稀土 | 不采纳 | 239.562nm、259.940nm的信背比优于 261.187nm，故选择 239.562nm、 259.940nm。 |
| 2 | 3.3 | 基体效应的影响试验中，建议补充采用近似基体匹配前后对比试验数据，证明近似基体匹配后能够消除影响； | 赣研所 | 不采纳 | 基体配分变化对测定的影响试验能够证明采用近似基体匹配可以消除影响 |
| 3 | 2.4.2.7 | 针对碳酸稀土、草酸稀土，根据相关产品标准或实际生产企业要求，Fe2O3的检测结果，应是以烧成物（950℃灼烧）后的含量计，不是计实物。尽管产品标准是以烧成物计杂质区分牌号，本单位仍然建议在标准文本中结果表述部分，应予以明确，方便使用。另外针对氯化稀土料液，移取试样量，建议改为移取相当于多少稀土含量的料液体积 | 赣研所 | 采纳 | 已在标准文本中修改 |

4.4征求意见阶段

4.4.1 预审前意见征集基本情况

2023年6月5日，研究报告、征求意见稿、征求意见汇总处理表通过邮件、微信的形式，发送至包头稀土研究院、江西南方稀土高技术股份有限公司、定南大华新材料资源有限公司、江西省钨与稀土产品质量监督检验中心、湖南稀土金属材料研究院有限责任公司、厦门稀土材料研究所、四川省乐山锐丰冶金有限公司、中稀（凉山）稀土有限公司、江阴加华新材料资源有限公司、中稀天马新材料科技股份有限公司、赣州湛海新材料科技有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、包头华美稀土高科有限公司、江西中标检检测中心有限公司、中色南方稀土（新丰）有限公司、龙岩稀土开发有限公司、北矿技术检测有限公司、甘肃稀土新材料股份有限公等18单位进行意见征集。

截止到2023年6月9日，收到回复的单位数15个，回复并有建议或意见的单位数10个，详见《征求稿意见汇总处理表》。

2023年6月9日《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法 第4部分：三氧化二铁含量的测定》在中国有色金属标准质量信息网上公开征求意见。

4.4.2预审阶段

2023年6月14日至6月16日， 2023年全国稀土标准化技术委员会第四次稀土标准工作会议于贵阳召开，会上各专家对《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法 第4部分：三氧化二铁含量的测定》进行了认真、细致的讨论，提出了具体的修改意见，并形成如下会议纪要：

1）预审稿编制说明：方法检测上限应根据实际产品待测物水平确定，对检测上限的确定加以说明；

2）增加引言部分；

3）方法名称增加：“电感耦合等离子体发射光谱法”；

4）预审稿7样品 增加对样品粒度的规定，样品的研磨至粒径＜0.074mm；

5）研究报告3.1共存元素的干扰实验：补充说明混合稀土中的干扰数据，干扰实验数据以表格形式表述；

6）实验数据中的精密度实验有效数据位数按要求保留；

7）实验数据缺少接近检测下限的样品，需配置0.01%-0.012%含量的样品进行精密度验证；

8）标准曲线增加0.1μg/mL的浓度点；

9）研究报告中表7配分模拟样结果增加加标回收率的数据，说明选择的基体浓度符合要求，并在结论中补充当采用近似基体匹配法时加标回收率达到要求；

10）增加分析线261.187nm的补充数据，对比全谱和单通道扫描仪器峰形和检测差异；

11）仪器设备分辨率等要求组织进行专题讨论；

12）公式1、公式2中ω后的（X）}删除；c1、c2改为ρ1、ρ2；公式2中ω改为ρ，公式的字体按要求进行修改；

13）精密度数据有效数字按要求保留，对不同梯度数据进行拟合，确认是否可采用公式表示重复性限和再现性限；

14）工作曲线的绘制与制定改为标准曲线的绘制与制定，增加标准曲线绘制的详细描述，测定过程的详细步骤（空白试液，样品试液的测试过程）。

2023年8月16日，长汀金龙完成补充试验，并将补充试验报告和样品发给各验证单位。

2023年8月25日，虔东稀土集团股份有限公司返回一验补充试验报告；

2023年8月29日，中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司，返回二验补充试验报告；

2023年9月3日，赣州有色冶金研究所有限公司返回一验补充试验报告；

2023年9月4日，国合通用测试评价认证股份公司返回二验补充试验报告；

2023年9月5日，赣州稀土友利科技开发有限公司返回二验补充试验报告；

2023年9月6日，江西理工大学、国瑞科创稀土功能材料（赣州）有限公司返回二验补充试验报告；

截止2023年9月6日，各验证单位（2家一验，5家二验）完成标准的补充试验验证工作并返回验证报告。

4.4.3 审定前征求意见基本情况

2023年9月7日，将征求意见稿、征求意见汇总处理表通过邮件、微信的形式，发送至四川省乐山锐丰冶金有限公司、包头稀土研究院、江西南方稀土高技术股份有限公司、定南大华新材料资源有限公司、江西省钨与稀土产品质量监督检验中心、湖南稀土金属材料研究院有限责任公司、厦门稀土材料研究所、中色南方稀土（新丰）有限公司、江西中标检检测中心有限公司、江阴加华新材料资源有限公司、中稀（凉山）稀土有限公司、中稀天马新材料科技股份有限公司、赣州湛海新材料科技有限公司、包头华美稀土高科有限公司、龙岩稀土开发有限公司、北矿技术检测有限公司、甘肃稀土新材料股份有限公司等17单位进行意见征集。

截止到2023年9月14日，收到回复的单位数11个，回复并有建议或意见的单位数10个，详见《征求稿意见汇总处理表》。

表3 征求意见汇总处理表

| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 前言 | 删除最后一段文字“本文件于202X年首次发布，本次为第一次制定。” | 四川乐山锐丰冶金有限公司 | 采纳 |  |
| 2 | 引言 | 建议对段落进行调整。第一段作为GB/T 18882系列标准的通用描述，第二段描述系列标准各部分之间的关系，第三段作为本文件的描述。 | 四川乐山锐丰冶金有限公司 | 采纳 |  |
| 3 | 引言 | “本文件根据最新的标准化文件的结构和起草规则编写”建议明确具体标准化文件和起草规则版本 | 厦门稀土所 | 不采纳 | 在前言中有写具体的标准号，引言中已删除 |
| 4 | 引言 | “离子型稀土矿作为生产氯化稀土和氧化稀土的最重要的原材料”建议修改“离子型稀土矿作为生产氯化稀土和氧化稀土的最重要的原材料之一” | 江西中检 | 采纳 | 已修改删除 |
| 5 | 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......测定范围（质量分数）：0.010%～1.80%。”建议：①“描述”就用“规定”这是已经基本统一了的表述；②“碳酸盐、草酸盐、氯化稀土料液”与题目不太符合，题目限定就是稀土氧化物，如果确实很有必要，那么建议修改题目。 | 江西南方稀土高技术股份有限公司 | 不采纳 | ①描述是最新的表述；②参照最新的GB/T 18882.1版本，上次预审会讨论过 |
| 6 | 2规范性引用文件 | JJG 768发射光谱仪 检定规程改为JJG 768-2005发射光谱仪 检定规程 | 龙岩稀土 | 不采纳 | 在文中有注明：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。 |
| 7 | 4方法提要 | “......，采用近似基体匹配法消除稀土基体干扰，直接以氩等离子体光源激发，进行光谱测定。”建议：①“消除稀土基体干扰”用“校正基体对测定的影响”。近似基体匹配是无法做到消除基体干扰，只能说干扰抵消或校正到对测定不影响了。②为什么要用氢氟酸，离子型稀土矿混合稀土氧化物盐酸是很好溶解的。 | 江西南方稀土高技术股份有限公司 | 部分采纳 | ①采纳②研究报告中体现两种消解方式的比对结果，采用盐酸无法测定溶清，测试结果偏低 |
| 8 | 5 | 表1中元素符号改为中文 | 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 采纳 |  |
| 9 | 5 | “优先使用有证标准溶液。”建议改为“优先使用有证标准溶液或物质。”，因5.6使用的是三氧化二铁标准物质。 | 厦门稀土所 | 不采纳 | 参照最新的版本 |
| 10 | 5试剂与材料 | “5.8混合稀土氧化物标准贮存溶液：.......。”建议：“单一稀土氧化物ω（Fe2O3）＜0.001%”调整为“ω（Fe2O3）＜0.0001%”。(如果各稀土氧化物标准中的Fe2O3为0.001%，正文中表1总称取稀土标准氧化物量合计10000 mg，相当于混合稀土氧化物标准贮存溶液母液中就带入0.1ug/ml的Fe2O3，到配制好的标准溶液相当于带入0.01ug/ml的Fe2O3，此含量相当于第二标准点含量的10%，如果要用此标准溶液的话，整组标准需要叠加此部分增量才能用，要不然低含量段测定有影响。) | 江西南方稀土高技术股份有限公司 | 采纳 |  |
| 11 | 5.7 | 5.7　将“此溶液1 mL含三氧化二铁100 μg”。改为“此溶液1 mL含100 μg三氧化二铁。” | 定南大华 | 采纳 |  |
| 12 | 5.8 | 对溶液配制时的烧杯规格如“100 mL”可不做规定。 | 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 不采纳 | 参考其他标准均有对烧杯规格做出规定 |
| 13 | 6仪器设备 | 关于“电感耦合等离子体发射光谱仪”设备要求。建议：按原统一后的表述，着重参照标准中“分辨率、重复性、稳定性”三个重要指标要求列出就行了。 | 江西南方稀土高技术股份有限公司 | 不采纳 | 项目组对此进行讨论过，测试Fe，全谱仪器的分辨率满足要求，所以没有必要对分辨率进行要求，按照检定规程要求即可 |
| 14 | 7.1 | 0.074 mm筛是否需要考虑材质？ | 江西中检 | 采纳 |  |
| 15 | 7.1 | “离子型稀土矿混合稀土氧化物样品应在105 ℃~110 ℃烘2 h，置于干燥器中冷却至室温”，要避免碳酸镧的生成 | 厦门稀土所 | 不采纳 | 参照GB/T 18882系列方法，均采用烘后测试 |
| 16 | 7.1，7.2 | 样品制备是否考虑准备的样品量，尽量相对准确的大重量来制备待测样品 | 江西中检 | 不采纳 | 现有国标中均未对样品制备量有要求；这部分的内容在产品标准取样与制样中已体现 |
| 17 | 8.1.2 | 8.1.2 离子型稀土矿混合氯化稀土料液：准确移取当于氧化稀土质量0.25 g的试样（7.3）。改为8.1.2 离子型稀土矿混合氯化稀土料液：准确移取相当于氧化稀土质量0.25 g的试样（7.3）。 | 定南大华 | 采纳 |  |
| 18 | 8.1.2 | 错漏字。“当于”应为“相当于” | 中色南方稀土（新丰）有限公司 | 采纳 | 删除了氯化稀土料液的测试部分 |
| 19 | 8.1.2 | 离子型稀土矿混合氯化稀土料液：准确移取当于氧化稀土质量0.25 g的试样（7.3）。错漏字。“当于”应为“相当于” | 江阴加华 | 采纳 |
| 20 | 8.1.2 | “准确移取当于氧化物稀土质量……”语句不通顺。 | 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 采纳 |
| 21 | 8.4.1 | 建议“加入8 mL高氯酸（5.3）冒烟并蒸干”修改为“加入8 mL高氯酸（5.3）冒烟并蒸至近干” | 四川乐山锐丰冶金有限公司 | 采纳 |
| 22 | 8.4.1 | 离子型稀土矿混合稀土氧化物、混合稀土草酸盐、混合稀土碳酸盐是否都要加氢氟酸，不加氢氟酸是否有影响？如果无影响，则可以简化很多工作量。 | 江西中检 | 不采纳 | 研究报告中体现两种消解方式的比对结果，采用盐酸无法测定溶清，测试结果偏低 |
| 23 | 8.4.2 | 建议“分解清亮转移到250 mL容量瓶中”修改为“加热溶解至清亮，移入250 mL容量瓶中” | 四川乐山锐丰冶金有限公司 | 采纳 |  |
| 24 | 8.4.2 | “5 mL盐酸”前缺少“加入”二字。 | 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 采纳 | 已删除氯化稀土料液的测试 |
| 25 | 8.5.1 | 建议把浓度值放在表2 | 江西钨与稀土质检中心 | 不采纳 | 放在一起会有两个单位，这样表头右上方就不能写单位了，现在表头要求写单位 |
| 26 | 8.5.1；8.5.2 | 此标准系列溶液每1.00 mL含0 μg、0.10 μg、0.25 μg、0.50 μg的三氧化二铁。每1.00 mL改为1 mL | 江阴加华 | 采纳 |  |
| 27 | 8.6.1 | 8.6.1的谱线波长建议放在8.6.2 | 江西钨与稀土质检中心 | 不采纳 | 目前这样已经很清晰明了 |
| 28 | 8.6.1 推荐分析谱线 | 建议将Fe分析线239.562删除，该条分析线与259.940对比检测数据偏低 | 龙岩稀土 | 不采纳 | 验证单位对其进行验证过，结果不会偏低 |
| 29 | 8.6 | 建议先测空白试液再测分析试液，顺序掉下 | 江西钨与稀土质检中心 | 采纳 |  |
| 30 | 8.6.2、8.6.4 | 8.6.2 和8.6.4分析试验用标准曲线的绘制中线性相关系数应不少于0.999 5。9和5之间不应该由空格 | 定南大华 | 不采纳 | 最新标准是需要空格的 |
| 31 | 9.2 | 从上下文一致看，公式中的ρ2可以表示为ρ0，ρ3就改为ρ2 。 | 中色南方稀土（新丰）有限公司 | 不采纳 | 删除了氯化稀土料液的测试部分 |
| 32 | 9.2 | 氯化稀土料液计算的是质量浓度，但测定范围规定的是质量分数，是否应该统一或者分别表述。 | 湖南稀土金属材料研究院有限责任公司 | 采纳 | 无法分开表述，无法给出质量浓度的测试范围；预审前意见征求时，有单位提出固体和液体的计算方式应该分开；结合这两点测定范围删除氯化稀土试样 |
| 33 |  | 无意见 | 包头稀土研究院 |  |  |
| 34 |  | 未回函 | 中稀天马 |  |  |
| 35 |  | 未回函 | 赣州湛海 |  |  |
| 36 |  | 未回函 | 北矿技术 |  |  |
| 37 |  | 未回函 | 甘肃稀土 |  |  |
| 38 |  | 未回函 | 包头华美 |  |  |
| 39 |  | 未回函 | 中稀（凉山）稀土 |  |  |

4.5 审查阶段

4.6报批阶段

1. **标准编制原则**

本标准在起草过程中遵循以下原则：

1.规范性

本标准是根据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》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求进行编写的。

2.先进性

本标准采用了近似基体匹配的方法，测定离子型稀土矿混合稀土氧化物、离子型稀土矿混合碳酸盐、离子型稀土矿混合草酸盐和离子型稀土矿混合氯化稀土料液中三氧化二铁的含量，为首次制定，标准实施后将起到一套标准保障多种类型产品质量检测的作用。本标准的制定将推进离子型稀土产业的发展，对国内稀土生产企业及相关行业的技术进步产生积极的促进作用。

3.适用性

本标准根据现有离子型稀土矿混合稀土碳酸盐、混合氯化稀土等产品标准所规定的各项指标要求，参考生产工艺与贸易的实际情况制定的。本标准在制定时着重于准确、简单、快速、成本低的特点，能更好的满足客户及操作人员的要求。

**三、标准主要技术内容、确定的依据及主要试验和验证情况**

1.标准范围的确定

本文对于检测范围的的下限的确定是通过检出限试验确定的，确定方法的测定下限为0.010%；对于方法的检测上限是参考了离子型稀土矿中三氧化二铁的实际含量确定的，确定方法的测定上限是1.80%。本文件适用于离子型稀土矿混合稀土氧化物、离子型稀土矿混合碳酸盐、离子型稀土矿混合草酸盐中三氧化二铁含量的测定。测定范围（质量分数）：0.010%～1.80%。

2.共存元素的干扰试验

参考产品标准GB/T 20169-2015离子型稀土矿混合稀土氧化物中化学成分，分别考察了各单一稀土元素、混合稀土元素、氧化铝、、氧化钙、、氧化硅、硫酸根对待测元素的干扰量；使用无基体的标准曲线溶液，测定以上各元素对待测元素的干扰，结果如表4所示

表4 待测元素干扰情况

|  |  |
| --- | --- |
| 干扰元素 | 待测元素的干扰情况 μg/mL |
| Fe 238.204nm | Fe 239.562nm | Fe 240.488nm | Fe 259.940nm |
| La2O3（300μg/mL） | <0.02 | <0.02 | <0.02 | <0.02 |
| CeO2（50μg/mL） | <0.02 | <0.02 | <0.02 | <0.02 |
| Pr6O11（50μg/mL） | <0.02 | <0.02 | <0.02 | <0.02 |
| Nd2O3（250μg/mL） | <0.02 | <0.02 | <0.02 | <0.02 |
| Sm2O3（50μg/mL） | <0.02 | <0.02 | <0.02 | <0.02 |
| Eu2O3（10μg/mL） | <0.02 | <0.02 | <0.02 | <0.02 |
| Gd2O3（50μg/mL） | <0.02 | <0.02 | <0.02 | <0.02 |
| Tb4O7（10μg/mL） | <0.02 | <0.02 | <0.02 | <0.02 |
| Dy2O3（50μg/mL） | 0.055 | <0.02 | 0.08 | <0.02 |
| Ho2O3（10μg/mL） | <0.02 | <0.02 | <0.02 | <0.02 |
| Er2O3（50μg/mL） | <0.02 | <0.02 | <0.02 | <0.02 |
| Tm2O3（10μg/mL） | <0.02 | <0.02 | <0.02 | <0.02 |
| Yb2O3（50μg/mL） | <0.02 | <0.02 | <0.02 | <0.02 |
| Lu2O3（10μg/mL） | <0.02 | <0.02 | <0.02 | <0.02 |
| Y2O3（500μg/mL） | <0.02 | <0.02 | <0.02 | <0.02 |
| 混合稀土（1000μg/mL） | \ | <0.02 | \ | <0.02 |
| Al2O3（300μg/mL） | <0.02 | <0.02 | <0.02 | <0.02 |
| CaO（300μg/mL） | <0.02 | <0.02 | <0.02 | <0.02 |
| SiO2（300μg/mL） | <0.02 | <0.02 | <0.02 | <0.02 |
| SO42-（300μg/mL） | <0.02 | <0.02 | <0.02 | <0.02 |

3.谱线的选择

遵循干扰较小同时灵敏度好的原则以及共存元素的干扰试验选定如下谱线：Fe239.562nm、Fe259.940nm。

4.基体效应的影响试验

分别考察Fe2O3浓度分别为5μg/mL和20μg/mL时在不同浓度的基体溶液中信号值，用无基体标准曲线溶液测定各浓度的变化。结果如表5所示

表5 基体效应的影响试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素基体浓度 | Fe2O3239.562nm | Fe2O3259.940nm | Fe2O3239.562nm | Fe2O3259.940nm |
| 测定值μg/mL | 测定值μg/mL | 测定值μg/mL | 测定值μg/mL |
| 0mg/mL | 5.00 | 5.00 | 20.00 | 20.00 |
| 0.5mg/mL | 4.26 | 4.36 | 18.43 | 18.53 |
| 1.0mg/mL | 4.05 | 4.05 | 17.48 | 17.49 |
| 2.0mg/mL | 3.69 | 3.71 | 15.70 | 15.91 |
| 5.0mg/mL | 3.08 | 3.08 | 12.77 | 12.87 |

随着基体浓度的增加，待测元素的测定浓度降低，说明基体对待测元素测定结果存在影响，因此，采用近似基体匹配法校正基体对测定的影响。结合离子型稀土矿中三氧化二铁的含量，本文采用基体浓度为1mg/mL。

5.样品的消解试验

对于离子型稀土矿混合稀土氧化物试样常见的消解方式有：方式1“盐酸+双氧水”消解和方式2“盐酸+氢氟酸+高氯酸+盐酸+双氧水”消解；其中采用“盐酸+双氧水”消解方式，试样无法全部溶清；采用“盐酸+氢氟酸+高氯酸+盐酸+双氧水”试样可彻底溶清。两种溶解方式的结果如表6所示

表6 两种消解方式的测定结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 消解方式 | 分析线/nm | Fe2O3% | 平均值% | SD% | RSD% |
| 消解样1# | 方式1 | 239.562 | 0.37 | 0.36 | 0.36 | 0.38 | 0.40 | 0.40 | 0.37 | 0.41 | 0.38 | 0.0183 | 4.81 |
| 259.940 | 0.38 | 0.37 | 0.36 | 0.38 | 0.40 | 0.40 | 0.37 | 0.41 | 0.38 | 0.0165 | 4.31 |
| 方式2 | 239.562 | 0.44 | 0.45 | 0.41 | 0.41 | 0.43 | 0.42 | 0.42 | 0.41 | 0.42 | 0.0141 | 3.32 |
| 259.940 | 0.44 | 0.44 | 0.41 | 0.41 | 0.43 | 0.43 | 0.40 | 0.42 | 0.42 | 0.0139 | 3.29 |

采用F检验检查两种消解方式的精密度无显著性差异，采用t检验检查两种消解方式的测量结果存在显著性差异，本文选择消解方式2可以彻底溶清的方式进行消解。

6.称样量试验

在基体进样浓度为1mg/mL时，分别称取样品0.10g、0.25g、0.50g各6个，对待测元素的测定值进行统计，结果如表5所示

表5 不同称样量测定结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 称样量g | 分析线/nm | Fe2O3% | 平均值% | SD% | RSD% |
| 称样量1# | 0.100 | 239.562 | 0.43 | 0.43 | 0.43 | 0.43 | 0.43 | 0.41 | 0.43 | 0.0075 | 1.75 |
| 259.940 | 0.43 | 0.43 | 0.44 | 0.43 | 0.42 | 0.40 | 0.43 | 0.0126 | 2.96 |
| 0.250 | 239.562 | 0.42 | 0.44 | 0.42 | 0.44 | 0.44 | 0.42 | 0.43 | 0.0100 | 2.33 |
| 259.940 | 0.42 | 0.44 | 0.41 | 0.44 | 0.44 | 0.41 | 0.43 | 0.0137 | 3.22 |
| 0.500 | 239.562 | 0.41 | 0.41 | 0.42 | 0.44 | 0.43 | 0.43 | 0.42 | 0.0111 | 2.61 |
| 259.940 | 0.40 | 0.40 | 0.42 | 0.43 | 0.44 | 0.43 | 0.42 | 0.0153 | 3.64 |
| 称样量2# | 0.100 | 239.562 | 0.84 | 0.83 | 0.81 | 0.81 | 0.85 | 0.84 | 0.83 | 0.0153 | 1.84 |
| 259.940 | 0.82 | 0.83 | 0.80 | 0.78 | 0.83 | 0.84 | 0.82 | 0.0205 | 2.52 |
| 0.250 | 239.562 | 0.85 | 0.84 | 0.86 | 0.86 | 0.85 | 0.82 | 0.85 | 0.0137 | 1.62 |
| 259.940 | 0.86 | 0.81 | 0.87 | 0.86 | 0.85 | 0.82 | 0.85 | 0.0222 | 2.62 |
| 0.500 | 239.562 | 0.82 | 0.83 | 0.84 | 0.85 | 0.85 | 0.86 | 0.84 | 0.0134 | 1.60 |
| 259.940 | 0.81 | 0.84 | 0.84 | 0.84 | 0.84 | 0.86 | 0.84 | 0.0146 | 1.74 |

由表5不同称样量的测定结果可得，实验结果表明试料的均匀性很好，称样量大于0.1g时，均可以满足均匀性要求，考虑到称量误差的大小，故选择称样量为0.25g。

7.基体配分变化对其测定影响试验

按照GB/T 20169-2015离子型稀土矿混合稀土氧化物各产品牌号的成分，分别制备不同稀土配比的模拟样，按照制样方式制样，加入一定含量的Fe2O3标液，验证基体配分变化对其测定的影响。其中配分模拟样成分见表7，测定结果见表8。

表7 单位%

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 配分模拟样1# | 元素 | La2O3 | CeO2 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 | Tb4O7 |
| 配分 | 10.00 | 1.00 | 1.00 | 7.00 | 5.00 | 1.30 | 5.00 | 1.20 |
| 元素 | Dy2O3 | Ho2O3 | Er2O3 | Tm2O3 | Yb2O3 | Lu2O3 | Y2O3 | \ |
| 配分 | 7.50 | 1.00 | 2.00 | 0.50 | 2.00 | 0.50 | 55.00 |
| 配分模拟样2# | 元素 | La2O3 | CeO2 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 | Tb4O7 |
| 配分 | 21.50 | 4.00 | 2.00 | 13.00 | 5.00 | 0.60 | 10.00 | 0.70 |
| 元素 | Dy2O3 | Ho2O3 | Er2O3 | Tm2O3 | Yb2O3 | Lu2O3 | Y2O3 | \ |
| 配分 | 4.50 | 0.70 | 3.00 | 1.00 | 3.00 | 1.00 | 30.00 |
| 配分模拟样3# | 元素 | La2O3 | CeO2 | Pr6O11 | Nd2O3 | Sm2O3 | Eu2O3 | Gd2O3 | Tb4O7 |
| 配分 | 30.00 | 3.00 | 5.00 | 30.00 | 5.00 | 0.40 | 5.00 | 0.30 |
| 元素 | Dy2O3 | Ho2O3 | Er2O3 | Tm2O3 | Yb2O3 | Lu2O3 | Y2O3 | \ |
| 配分 | 1.80 | 1.00 | 4.00 | 1.00 | 4.00 | 2.50 | 7.00 |

表8 配分模拟样测定结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | Fe2O3加入量μg/mL | 测定值μg/mL | 回收率% |
| Fe239.562 | Fe259.940 | Fe239.562 | Fe259.940 |
| 配分模拟样1# | 2.00 | 2.04 | 2.06 | 102.0 | 103.0 |
| 配分模拟样2# | 2.00 | 2.05 | 2.04 | 102.5 | 102.0 |
| 配分模拟样3# | 2.00 | 2.06 | 2.05 | 103.0 | 102.5 |
| 配分模拟样1# | 10.00 | 10.35 | 10.41 | 103.5 | 104.1 |
| 配分模拟样2# | 10.00 | 10.43 | 10.31 | 104.3 | 103.1 |
| 配分模拟样3# | 10.00 | 10.31 | 10.36 | 103.1 | 103.6 |

从表7结果可知，表明当基体组分在上述范围内变动时，采用近似基体匹配法时加标回收率在102%~104.3%，能够满足使用要求，用近似基体匹配法对检测结果的影响可忽略，且选择的基体浓度是符合要求。

8.检出限试验

对基体空白试样称取11份试样，进行平行测定，计算标准偏差，以3倍标准偏差作为检出限，10倍标准偏差作为测定下限。测定结果见下表9。

表9 检出限试验

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 分析线/nm | SD% | 检出限% | 测定下限% |
| 239.562 | 0.00057 | 0.00171 | 0.0057 |
| 259.940 | 0.00049 | 0.00147 | 0.0049 |

由表8可见，被测元素测定下限在0.0049%~0.0057%之间，故试液中三氧化二铁的测定下限定为<0.0100%。

9.准确性试验

9.1为了考察方法的准确度，分别在2#和3#统一样中加入一定量的Fe2O3标准溶液，测定结果见表10。

表10 加标回收试验

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 分析线/nm | 本底值 μg/mL | 加入量μg/mL | 测定值μg/mL | 回收率% |
| 统一样2# | 239.562 | 1.24 | 1.00 | 2.28 | 104.00 |
| 259.940 | 1.25 | 1.00 | 2.28 | 103.00 |
| 统一样3# | 239.562 | 5.74 | 5.00 | 10.76 | 100.40 |
| 259.940 | 5.73 | 5.00 | 10.86 | 102.60 |

由表9可知，回收率在100~104%之间，结果满意。

9.2不同方法的对照试验

统一样1#和统一样2#采用本方法与分光光度比色法进行对照，结果见表11

表11

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 样品编号 | 检测方法 | Fe2O3% |
| 统一样1# | 本方法（239.562nm） | 0.026 |
| 本方法（259.940nm） | 0.026 |
| 比色法 | 0.025 |
| 统一样2# | 本方法（239.562nm） | 0.124 |
| 本方法（259.940nm） | 0.125 |
| 比色法 | 0.126 |

由表10不同测试方法的比对结果可得，说明方法准确度好。

10.方法精密度

为了考察本方法的精密度，对1#、2#、3#、4#、5#和6#统一样品分别进行了11次重复测定，统计平均值和相对标准偏差，结果见数据统计报告。

1. **试验验证的分析及预期的经济效果**

1.数据汇总处理分析

1.1原始数据统计和检验

主起草单位对各试验室内数据进行了均值、标准偏差和相对标准偏差的统计，并就各试验室内数据和试验室间均值进行了格拉布斯检验以及实验室间数据等精度检验（柯克伦检验）。试验数据统计和检验结果见数据统计报告（带\*数据为离群数据）。

1.2对于岐离和离群数据的分析

试验数据取舍在统计学基础上还应符合化学分析特点，对于岐离和离群数据是否留用，试验采取的判断方式：

参照GB/T 6379.2-2004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，先进行柯克伦检验，对于检验为岐离的数据进行保留，对于离群的数据进行剔除。当最大标准差经检验判断为离群值后，将其进行剔除，对剩下的数据再次进行柯克伦检验。再进行格拉布斯检验，对于检验为岐离的数据进行保留，对于离群的数据进行剔除。当最大或最小的平均值经检验为离群值，则将其剔除，对剩下的平均值重复进行检验。

注：实验室内格拉布斯检验和等精度检验（柯克伦检验）采用的平均值为该实验室平均值，实验室间均值格拉布斯检验采用的平均值为实验室均值平均值。

1.3 重复性限和再现性限计算

试验对离子型稀土矿混合稀土氧化物6个水平样品所有保留数据进行了重复性限和再现性限计算，计算结果见数据统计报告。

2.预期的经济效果

标准实施后，将应用到整个离子型稀土矿的开采、贸易及回收利用等过程中，应用前景良好，并会产生较好的社会效益和经济效益：

（1）标准的实施将为生产、使用、贸易三方提供最基本的技术依据，在本标准的基础之上使三方达成共识，有利于产品的质量控制和产品升级，使后续使用方高效率、低消耗地使用该产品；

（2）标准的实施为稀土贸易提供仲裁的依据，有利于市场公平交易环境的形成，能够更好地促进离子型稀土市场的规范化。

（3）标准的实施将进一步完善离子型稀土矿化学分析方法的标准体系，与现行的《离子型稀土矿混合稀土氧化物化学分析方法》（GB/T18882.1、GB/T 18882.2、GB/T 18882.3）形成一套完整规范的国家标准系列，为推动南方离子型稀土乃至中国稀土产业的规范有序稳步发展提供技术支撑。

1. **与国际、国外同类标准技术内容的对比**

国内、国外尚未见离子型稀土矿中三氧化二铁含量的分析方法标准。

1. **采标情况，以及是否合规引用或采用国际国外标准**

经查，国外无相同类型的标准。本标准未采用（包括等同采用、修改采用及非等效采用）国际标准或国外先进标准。

1. **与有关法律、法规的关系**

本标准与现行法律、法规和相关标准相协调、无冲突。

1. **重大分歧意见的处理和依据**

 无。

1. **涉及专利的有关说明**

本标准不涉及专利问题。

1. **贯彻国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议**

本标准实施后建议离子型稀土矿开采和分离企业有以及检测单位积极组织本标准的学习与宣贯，可向企业、公司和科研院校（所）推荐本标准。

1. **其他应当说明的事项**

无