



# 中华人民共和国国家标准

GB/T XXX.1—202X

## 稀土锆基化合物化学分析方法 第1部分：稀土氧化物总量的测定

Chemical analysis method for rare earth zirconium based compounds—

Part 1: Determination of total rare earth content

(草案稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局

国家标准化管理委员会 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 XXX《稀土锆基化合物化学分析方法》的第1部分。GB/T XXX 已经发布了以下部分：

- 第1部分：稀土总量的测定；
- 第2部分：氧化锆和氧化钪含量的测定 苦杏仁酸重量法；
- 第3部分：主成分含量的测定；
- 第4部分：稀土杂质含量的测定；
- 第5部分：氧化铁、氧化硅、氧化锌、氧化铝、氧化钠、氧化铅、氧化铜、氧化钛和硫酸根含量的测定；
- 第6部分：氧化钙含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第7部分：氯量的测定 氯化银比浊法；

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（SAC/TC 229）提出并归口。

本文件起草单位：……

本文件主要起草人：……

# 引 言

稀土锆基化合物指稀土与锆元素形成的多元化合物，包括氧化钇稳定氧化锆（含复合钇锆陶瓷粉）、铈锆复合氧化物和锆酸钇铈。氧化钇稳定氧化锆(YSZ)具有良好的综合性能，是一种优良的氧离子导体材料，在固体氧化物燃料电池(SOFC)、氧气传感器以及甲烷部分氧化膜反应器等方面已获得广泛的应用。铈锆复合氧化物产品具有良好的储放氧性能，在某种程度上决定着机动车尾气净化催化剂的性能和使用寿命。热障涂层对提高发动机性能和延长服役寿命至关重要。

以上稀土锆基化合物材料的产品标准或已发布或正在制订中，均对材料化学成分提出了详细的指标要求。因此，在以上材料的研究、生产和应用过程中，需要通过分析测试对其中各类成分进行有效控制。重量法是测定主量元素的常用方法，准确度高。其中草酸盐重量法是测定稀土总量的一种经典方法，技术上具有可行性。于含量低于 10%的稀土总量，将采用 ICP-AES 法测定各稀土氧化物含量，并加和。

本标准在稀土分析行业内规范了钇锆、铈锆、锆酸钇铈等稀土锆基化合物中稀土总量的分析方法、增强了检测数据可比性，对于相关产业的发展有着十分重要的意义。

# 稀土锆基化合物化学分析方法

## 第 1 部分：稀土总量的测定

### 1 范围

本文件规定了稀土锆基化合物中稀土总量的测定方法。

本文件适用于稀土锆基化合物中稀土总量的测定。测定范围 5%~90%。

本文件共包括 2 个方法：方法 1 草酸盐重量法，方法 2 电感耦合等离子体光谱法。方法 2 测定范围 5%~90%。

### 2 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

JJG 768 发射光谱仪 检定规程

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 电感耦合等离子体光谱法（方法 2）

#### 4.1 方法提要

试料以氢氟酸、硝酸或氢氟酸、硫酸或硫酸、硫酸铵混合酸体系溶解（含铈试料加过氧化氢），经硫酸冒烟，在稀硫酸介质中，直接以氩等离子体光源激发，进行光谱测定各稀土元素含量，并加和作为稀土总量结果。

#### 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及以上试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。优先使用有证标准溶液。

##### 4.2.1 硫酸铵

##### 4.2.2 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）。

##### 4.2.3 氢氟酸（ $\rho=1.16\text{ g/mL}$ ）。

##### 4.2.4 过氧化氢[ $\omega(\text{H}_2\text{O}_2) \geq 30\%$ ]。

##### 4.2.5 硝酸（1+1）。

##### 4.2.6 盐酸（1+1）。

4.2.7 硫酸（1+1）。

4.2.8 盐酸（1+19）。

4.2.9 氧化镧标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化镧 [ $\omega(\text{La}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（4.2.6），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化镧。

4.2.10 氧化铈标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化铈 [ $\omega(\text{CeO}_2/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸（4.2.5），2 mL 过氧化氢（4.2.4）低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化铈。

4.2.11 氧化镨标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化镨 [ $\omega(\text{Pr}_6\text{O}_{11}/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（4.2.6），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化镨。

4.2.12 氧化钕标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化钕 [ $\omega(\text{Nd}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（4.2.6），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钕。

4.2.13 氧化钐标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化钐 [ $\omega(\text{Sm}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（4.2.6），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钐。

4.2.14 氧化铕标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化铕 [ $\omega(\text{Eu}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（4.2.6），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化铕。

4.2.15 氧化钆标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化钆 [ $\omega(\text{Gd}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（4.2.6），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钆。

4.2.16 氧化铽标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化铽 [ $\omega(\text{Tb}_4\text{O}_7/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（4.2.6），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化铽。

4.2.17 氧化镝标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化镝 [ $\omega(\text{Dy}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（4.2.6），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化镝。

4.2.18 氧化钬标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化钬 [ $\omega(\text{Ho}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（4.2.6），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钬。

4.2.19 氧化铪标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化铪 [ $\omega(\text{Er}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（4.2.6），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化铪。

4.2.20 氧化铥标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化铥 [ $\omega(\text{Tm}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（4.2.6），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化铥。

4.2.21 氧化镱标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化镱 [ $\omega(\text{Yb}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（4.2.6），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化镱。

4.2.22 氧化镱标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化镱 [ $\omega(\text{Lu}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（4.2.6），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化镱。

4.2.23 氧化钇标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化钇 [ $\omega(\text{Y}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸

(4.2.6)，低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化钇。

4.2.24 氧化铈标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化铈 [ $\omega(\text{Sc}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸 (4.2.6)，低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化铈。

4.2.25 氧化铈基体标准贮存溶液：称取 1.0000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化铈 [ $\omega(\text{Sc}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.999\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸 (4.2.6)，低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 氧化铈。

4.2.26 氧化钇基体标准贮存溶液：称取 1.0000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化铈 [ $\omega(\text{Y}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.999\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸 (4.2.6)，低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 氧化钇。

4.2.27 氧化铈基体标准贮存溶液：称取 1.0000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化铈 [ $\omega(\text{CeO}_2/\text{REO}) \geq 99.999\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸 (4.2.5)，加 5 mL 过氧化氢 (4.2.4)，低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 氧化铈。

4.2.28 氧化镱基体标准贮存溶液：称取 1.0000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化镱 [ $\omega(\text{Yb}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.999\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸 (4.2.6)，低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 氧化镱。

4.2.29 氧化钆基体标准贮存溶液：称取 1.0000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化钆 [ $\omega(\text{Gd}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.999\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$ ]，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸 (4.2.6)，低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 氧化钆。

4.2.30 氧化锆基体标准贮存溶液：称取 7.4040 g 金属锆 [ $\omega(\text{Zr}) \geq 99.99\%$ ]，置于 1000 mL 烧杯中，加入 500 mL 硫酸 (4.2.8)，高温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 氧化锆。

4.2.31 混合稀土氧化物标准贮存溶液I：分别移取标准贮存溶液 (4.2.9~4.2.24) 各 5.00 mL



|    |         |         |         |         |
|----|---------|---------|---------|---------|
| Y  | 377.433 | 371.029 | 377.433 | 371.029 |
| Sc | 361.383 | 255.235 | 255.235 | 255.235 |

#### 4.4 样品

将样品置于烘箱内 105 °C 烘 1 h，于干燥器中，冷却至室温，立即称重。

#### 4.5 试验步骤

##### 4.5.1 试料

称取样品（4.4）0.40 g，精确至 0.0001 g。

##### 4.5.2 平行试验

平行做两份试验。

##### 4.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

##### 4.5.4 系列标准溶液的配制

系列标准溶液的配制按照表 2～表 3 移取混合稀土氧化物标准贮存溶液（4.2.31～4.2.32）、各单一稀土氧化物基体标准贮存溶液（4.2.25～4.2.29）、氧化锆基体标准贮存溶液（4.2.30）于 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，待用。系列标准溶液浓度见表 4～表 5。

表 2 系列标准溶液移取体积（单位：mL）

| 标准系列号           |                                | 1-1   | 1-2   | 1-3   | 1-4   | 1-5   | 1-6   |
|-----------------|--------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 钪钆化合物           | Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 4.40  | 4.40  | 4.40  | 4.40  | 4.40  | 4.40  |
|                 | ZrO <sub>2</sub>               | 35.60 | 35.60 | 35.60 | 35.60 | 35.60 | 35.60 |
| 钇钆化合物           | Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>  | 3.60  | 3.60  | 3.60  | 3.60  | 3.60  | 3.60  |
|                 | ZrO <sub>2</sub>               | 36.40 | 36.40 | 36.40 | 36.40 | 36.40 | 36.40 |
| 铈钆化合物           | CeO <sub>2</sub>               | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 |
|                 | ZrO <sub>2</sub>               | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 | 20.00 |
| 锆酸钪钆化合物         | Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 22.80 | 22.80 | 22.80 | 22.80 | 22.80 | 22.80 |
|                 | Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 1.20  | 1.20  | 1.20  | 1.20  | 1.20  | 1.20  |
|                 | ZrO <sub>2</sub>               | 16.00 | 16.00 | 16.00 | 16.00 | 16.00 | 16.00 |
| 混合稀土氧化物标准贮存溶液I  |                                | 0     | —     | —     | 1.00  | 2.00  | 5.00  |
| 混合稀土氧化物标准贮存溶液II |                                | —     | 1.00  | 5.00  | —     | —     | —     |

表 3 系列标准溶液移取体积（单位：mL）

|                            | 2-1 | 2-2  | 2-3  | 2-4  | 2-5  | 2-6  | 2-7  | 2-8  |
|----------------------------|-----|------|------|------|------|------|------|------|
| 4.2.10~4.2.25 各稀土氧化物标准贮存溶液 | 0   | —    | —    | —    | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 4.00 |
| 混合稀土氧化物标准贮存溶液I             | —   | 2.00 | 4.00 | 8.00 | —    | —    | —    | —    |

表 4 系列标准溶液浓度（单位：ug/mL）

| 标准系列号                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |                                | 1-1  | 1-2  | 1-3  | 1-4  | 1-5  | 1-6  |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------|------|------|------|------|------|------|
| 钪钆化合物                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        | Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 880  | 880  | 880  | 880  | 880  | 880  |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | ZrO <sub>2</sub>               | 7120 | 7120 | 7120 | 7120 | 7120 | 7120 |
| 铈钆化合物                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        | Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>  | 720  | 720  | 720  | 720  | 720  | 720  |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | ZrO <sub>2</sub>               | 7280 | 7280 | 7280 | 7280 | 7280 | 7280 |
| 铈钆化合物                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        | CeO <sub>2</sub>               | 4000 | 4000 | 4000 | 4000 | 4000 | 4000 |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | ZrO <sub>2</sub>               | 4000 | 4000 | 4000 | 4000 | 4000 | 4000 |
| 钆酸钪钆化合物                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 4560 | 4560 | 4560 | 4560 | 4560 | 4560 |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 240  | 240  | 240  | 240  | 240  | 240  |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | ZrO <sub>2</sub>               | 3200 | 3200 | 3200 | 3200 | 3200 | 3200 |
| La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、CeO <sub>2</sub> 、Pr <sub>6</sub> O <sub>11</sub> 、Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、<br>Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、Eu <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、Tb <sub>4</sub> O <sub>7</sub> 、Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、<br>Ho <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、Tm <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、Lu <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、<br>Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub> |                                | 0    | 0.10 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 5.00 |

表 5 系列标准溶液浓度（单位：ug/mL）

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | 2-1 | 2-2  | 2-3  | 2-4  | 2-5   | 2-6   | 2-7   | 2-8   |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|------|------|------|-------|-------|-------|-------|
| La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、CeO <sub>2</sub> 、Pr <sub>6</sub> O <sub>11</sub> 、Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、<br>Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、Eu <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、Tb <sub>4</sub> O <sub>7</sub> 、Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、<br>Ho <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、Tm <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、Lu <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、<br>Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 、Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 0   | 2.00 | 4.00 | 8.00 | 10.00 | 20.00 | 40.00 | 80.00 |

#### 4.5.5 空白试验的系列标准溶液的配制

将混合稀土氧化物标准溶液II(4.2.32)分别移取 0 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 至 4 个 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，待用。空白试验系列标准溶液质量浓度分别为 0 μg/mL、0.10 μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL。

#### 4.5.6 分析试液的制备

4.5.6.1 钪钆化合物分析试液的制备：将试料（4.5.1）置于 100 mL 聚四氟的烧杯中，加入 10 mL 硫酸（4.2.7）、10 mL 氢氟酸（4.2.3），盖上盖子，低温加热 30 min 后，加热冒硫酸烟至净干，取下冷却。加入 2 mL 过氧化氢（4.2.4），用水洗杯壁和盖子，低温溶解盐类，取下冷却至室温。将溶液移入 200 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，待测。分取 5.00 mL 试液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，待测。

4.5.6.2 铈钆化合物分析试液的制备：将试料（4.5.1）置于 400 mL 烧杯中，加入 10 mL 硫酸（4.2.7）、2 g 硫酸铵（4.2.1），盖上表面皿，加热冒硫酸烟至净干，取下冷却。用水洗杯壁和盖子，低温溶解盐类，取下冷却至室温。将溶液移入 200 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，待测。分取 5.00 mL 试液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，待测。

4.5.6.3 铈钆化合物分析试液的制备：将试料（4.5.1）置于 50 mL 聚四氟乙烯内衬杯中，

加入 20 mL 硫酸（4.2.7）、0.4 g 硫酸铵（4.2.1）、10 mL 过氧化氢（4.2.4），盖上聚四氟乙烯内衬杯盖。将聚四氟乙烯内衬杯放入耐温耐压消解罐（建议不锈钢消解罐）内。将消解罐放入烘箱内，升温至 180℃，保温 6 小时。或放入微波消解仪中，第一步升温程序：功率 800 W、温度 100℃、升温时间 10 min、恒温时间 5 min，第二步升温程序：功率 800 W、温度 180℃、升温时间 10 min、恒温时间 25 min~30 min 进行溶解。待消解反应完毕冷却后，取出消解罐及其内衬杯，转移至 400 mL 烧杯中，加热冒硫酸烟至净干，取下冷却。用水洗杯壁和盖子，低温溶解盐类，取下冷却至室温。将溶液移入 200 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，待测。分取 5.00 mL 试液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，待测。

4.5.6.4 锆酸钪化合物分析试液的制备：将试料（4.5.1）置于 50 mL 聚四氟乙烯内衬杯中，加入 10 mL 硝酸（4.2.2）、8 mL 氢氟酸（4.2.3），盖上聚四氟乙烯内衬杯盖。将聚四氟乙烯内衬杯放入耐温耐压消解罐（建议不锈钢消解罐）内。将消解罐放入烘箱内，升温至 180℃，保温 6 小时。或放入微波消解仪中，第一步升温程序：功率 800 W、温度 100℃、升温时间 10 min、恒温时间 5 min，第二步升温程序：功率 800 W、温度 180℃、升温时间 10 min、恒温时间 25 min~30 min 进行溶解。待消解反应完毕冷却后，取出消解罐及其内衬杯，转移至 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 8 mL 硫酸（4.2.7）、1.0 g 硫酸铵（4.2.1），加热冒硫酸烟至净干，取下冷却。用水洗杯壁和盖子，低温溶解盐类，取下冷却至室温。将溶液移入 200 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，待测。分取 5.00 mL 试液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，待测。

## 4.6 测定

### 4.6.1 标准曲线的绘制

待电感耦合等离子体发射光谱仪运行稳定后，在选定的仪器工作条件下，依次测定系列标准溶液(4.5.4)中待测元素的发射强度,由仪器软件绘制标准曲线，各元素标准曲线的相关系数应在 0.9995 以上，否则需重新进行标准化或重新配制标准溶液进行标准化。

### 4.6.2 分析试液的测定

在标准曲线(4.6.1)符合测定的要求后，立即测定分析试液(4.5.6)中测定元素的发射强度，仪器根据标准曲线的绘制(4.6.1)，自动进行数据处理，计算并输出各元素含量。

### 4.6.3 空白试验的标准曲线的绘制

待电感耦合等离子体发射光谱仪运行稳定后，在选定的仪器工作条件下，依次测定空白试验液的系列标准溶液（4.5.5）中待测元素的发射强度，进行标准化或校准标准曲线，

各元素标准曲线的相关系数应在 0.9995 以上，否则需重新进行标准化或重新配置标准溶液进行标准化。

#### 4.6.4 空白试验液的测定

在空白试验的标准曲线（4.6.3）符合测定的要求后，立即测定空白试验液（4.5.3）中测定元素的发射强度，仪器根据标准曲线（4.6.3），自动进行数据处理，计算并输出各元素含量。

#### 4.7 试验数据处理

待测元素 X 的含量以质量分数  $w_x$  计，按式（1）计算：

$$w_x = \frac{k \cdot (\rho_1 - \rho_0) \cdot V_3 \cdot V_1 \times 10^{-6}}{m \cdot V_2} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

$k$ ——各元素单质与其氧化物的换算系数，见表 6，计算氧化物的质量分数时， $k=1$ ；

$\rho_1$ ——分析试液（4.5.6）中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$\rho_0$ ——空白试液（4.5.3）中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$V_3$ ——分析试液体积，单位为毫升（mL）；

$V_1$ ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

$m$ ——试料的质量，单位为克（g）；

$V_2$ ——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

钇锆化合物中氧化铈、氧化钕，铈锆化合物中氧化钕、氧化铈的测定下限为 0.02%，其他元素的测定下限为 0.01%；锆酸钪钇化合物中氧化铈、氧化钕、氧化钐、氧化铽的测定下限为 0.01%，其他元素的测定下限为 0.005%。当结果大于测定下限小于 1%时，保留三位有效数字；当结果 $\geq 1\%$ 时，保留至小数点后 2 位，数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

$$w(\text{REO}) = \sum_{i=1}^N \frac{k \cdot (\rho_1 - \rho_0) \cdot v_3 \cdot v_1 \times 10^{-6}}{m \cdot v_2} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

$i$ —— $i=1, 2, \dots, N$ ，计算的基本单元是各稀土氧化物的质量分数。

计算结果保留至小数点后 2 位，数值修约按照 GB/T 8170 规定执行。

表 6 金属与其氧化物的换算关系

| 元素 | $k$    | 元素 | $k$    |
|----|--------|----|--------|
| La | 0.8526 | Dy | 0.8713 |
| Ce | 0.8140 | Ho | 0.8730 |

|    |        |    |        |
|----|--------|----|--------|
| Pr | 0.8277 | Er | 0.8745 |
| Nd | 0.8573 | Tm | 0.8756 |
| Sm | 0.8624 | Yb | 0.8782 |
| Gd | 0.8676 | Lu | 0.8794 |
| Tb | 0.8502 | Y  | 0.7874 |

5 精密度

5.1 精密度原始数据及统计

精密度数据是在 202X 年，由 X 家实验室对 X 个不同水平样品进行协同试验确定的。每个实验室对每个水平在重复性条件下独立测定 7 次。试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析。

5.1.1 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 5 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求得。

表 7 重复性限

| 元素 | 质量分数/% | 重复性限（ <i>r</i> ）/% | 元素 | 质量分数/% | 重复性限（ <i>r</i> ）/% |
|----|--------|--------------------|----|--------|--------------------|
|    |        |                    |    |        |                    |
|    |        |                    |    |        |                    |
|    |        |                    |    |        |                    |
|    |        |                    |    |        |                    |
|    |        |                    |    |        |                    |
|    |        |                    |    |        |                    |

5.1.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的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求得。

表 8 再现性限

| 元素 | 质量分数/% | 再限性限（ <i>R</i> ）/% | 元素 | 质量分数/% | 再限性限（ <i>R</i> ）/% |
|----|--------|--------------------|----|--------|--------------------|
|    |        |                    |    |        |                    |
|    |        |                    |    |        |                    |
|    |        |                    |    |        |                    |
|    |        |                    |    |        |                    |
|    |        |                    |    |        |                    |
|    |        |                    |    |        |                    |