



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：稀土总量的测定

Chemical analysis method for rare earth zirconium based compounds—

Part 1: Determination of total rare earth content

(征求意见稿)

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。

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：国标（北京）检验认证有限公司、包头稀土研究院、江西省钨与稀土产品质量监督检验中心、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、厦门稀土材料研究所、国合通用（青岛）测试评价有限公司、四川省乐山锐丰冶金有限公司、江西南方稀土高技术股份有限公司

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、锆酸钇镱、铈锆化合物等。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，目前在机动车尾气净化催化剂、有机废气净化催化剂中广泛应用，并已成为一种必不可少的关键活性涂层材料。热障涂层对提高发动机性能和延长服役寿命至关重要。钇锆类产品标准有 GB/T 31968-2015《稀土复合钇锆陶瓷粉》、YS/T 1270-2018《氧化钇稳定氧化锆粉末》，对于主体成分和杂质均有检测需求。XB/T 518-2021《铈锆复合氧化物》和 GB/T 45008-2024《锆酸钇镱》产品标准，分别对铈锆复合氧化物和锆酸钇镱中稀土总量进行了规定和控制。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。目前，国内外相关的稀土总量的检测标准 GB/T 14635-2020《稀土金属及其化合物中化学分析方法 稀土总量的测定》，仅适用于稀土冶炼分离产品，对于含具有相反化学性质的稀土和锆元素的化合物材料，不能满足其准确分析的需求。

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。电感耦合等离子体光谱在稀土相关标准中已广泛应用，成为稀土行业检测中不可或缺的仪器。对于含量低于 20%的稀土总量，同时采用 ICP-AES 法测定各稀土氧化物含量，并进行加和。

本标准在稀土分析行业内规范了钇锆、铈锆、锆酸钇镱、铈锆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。本文件共包含两个方法：方法 1 草酸盐重量法，方法 2 电感耦合等离子体原子发射光谱法。方法 1 测定范围 5.00 % ~ 90.00 %，适用于不含钪的稀土锆基化合物中稀土总量的测定。方法 2 测定范围 5.00 % ~ 20.00 %，适用于氧化钇稳定氧化锆（含复合钇锆陶瓷粉）和钪稳定氧化锆中稀土总量的测定。当测定范围重叠时，以方法 1 为仲裁方法。

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 草酸盐重量法（方法 1）

4.1 方法原理

试料经硫酸-硫酸铵分解后，氢氟酸沉淀稀土，以分离大部分锆、钪主成分及铁、铝等杂质；以盐酸溶解沉淀，在 pH 2.0 的条件下，用草酸溶液沉淀稀土，以进一步分离主成分锆、钪及铁、铝等杂质。于 950 °C 将草酸稀土灼烧成稀土氧化物，称其质量至恒重，计算

稀土总量。对于样品出现含镱、钇元素的试样，用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定草酸沉淀滤液中稀土量，进行补正。

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 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

4.2.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

4.2.4 氢氟酸($\rho=1.15$ g/mL)。

4.2.5 高氯酸($\rho=1.67$ g/mL)。

4.2.6 过氧化氢(30%)。

4.2.7 硫酸(1+1)。

4.2.8 盐酸(1+1)。

4.2.9 氨水(1+1)。

4.2.10 硫酸洗液(1+99)。

4.2.11 氢氟酸洗液(2+98)。

4.2.12 盐酸洗液(2+98)。

4.2.13 草酸溶液(100 g/L)。

4.2.14 甲酚红溶液(2 g/L): 2 g 甲酚红溶于 1 L 乙醇(1+1)中。

4.2.15 草酸洗液(20 g/L)。

4.2.16 精密 pH 试纸(0.5~5.0)。

4.2.17 pH 计。

4.2.18 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 [$w(\text{REO}) \geq 99.5\%$, $w(\text{Yb}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$] 置于 100 mL 烧杯中, 加入 10 mL 盐酸(4.2.8), 低温加热分解至清亮, 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。

4.2.19 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 [$w(\text{REO}) \geq 99.5\%$, $w(\text{Y}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$] 置于 100 mL 烧杯中, 加入 10 mL 盐酸(4.2.8), 低温加热分解至清亮, 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。

4.2.20 混合稀土氧化物标准贮存溶液：分别移取标准贮存溶液（4.2.18~4.2.19）10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，以盐酸(4.2.8)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含氧化镱、氧化铈分别为 1 00 μ g。

4.2.21 氩气（体积分数 \geq 99.99%）。

4.3 仪器设备

4.3.1 分析天平，精确至 0.0001 g。

4.3.2 高温炉，温度 $>$ 1000 $^{\circ}$ C。

4.3.3 干燥箱，温度 $>$ 110 $^{\circ}$ C。

4.3.4 铂坩锅或瓷坩锅。

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

4.4 样品

4.4.1 样品应制备成粉末状。

4.4.2 样品于 105 $^{\circ}$ C~110 $^{\circ}$ C 干燥 1 h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

4.5 试验步骤

4.5.1 试料

按表 1 称取样品（4.4），精确至 0.0001 g。

表 1 样品称样量

稀土总量/%	试料/g
5.00 ~ 20.00	0.50
$>$ 20.00 ~ 90.00	0.30

4.5.2 平行试验

平行做 2 份试验。

4.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

4.5.4 测定

4.5.4.1 试料的溶解

4.5.4.1.1 铈钡试料的溶解：将试料（4.5.1）置于 300 mL 烧杯中，加入约 4 g 硫酸铵（4.2.1）、20 mL 硫酸(4.2.7)、2 mL 过氧化氢（4.2.6），盖上盖子，小心摇散试料。于电热板上低温加热至刚冒硫酸烟，再将电热板温度设为 350 $^{\circ}$ C，让硫酸烟回流至试样溶解清亮后，取下，冷却至室温。用水洗杯壁和盖子，沿烧杯壁小心吹入约 100 mL 水，摇动烧杯溶解盐类，转移至 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中。若样品有不溶物，用慢速定量滤纸过滤，滤液接收于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中，用硫酸洗液（4.2.10）洗涤烧杯 3 次，滤纸 10 次。

4.5.4.1.2 除铈钆外试料的溶解：将试料（4.5.1）置于 300 mL 烧杯中，加入约 4g 硫酸铵（4.2.1）、20 mL 硫酸（4.2.7），盖上盖子，小心摇散试料。于电热板上低温加热至刚冒硫酸烟，再将电热板温度设为 350 °C，让硫酸烟回流至试样溶解清亮后，取下，冷却至室温。用水洗杯壁和盖子，沿烧杯壁小心吹入约 30 mL 水，摇动烧杯溶解盐类，转移至 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中。若样品有不溶物，用慢速定量滤纸过滤，滤液接收于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中，用硫酸洗液（4.2.10）洗涤烧杯 3 次，滤纸 10 次。

4.5.4.2 沉淀分离

4.5.4.2.1 将试液（4.5.4.1）体积保持至约 100 mL，加入一小勺滤纸浆，稍加热，边搅拌边小心加入 30 mL 氢氟酸（4.2.4），80 °C~90 °C 水浴保温 40 分钟，每隔 10 分钟搅拌一次。取下冷却后，用双层慢速定量滤纸过滤。用氢氟酸洗液（4.2.11）洗涤烧杯 3~4 次，用 1/4 块滤纸擦拭烧杯，将沉淀全部转移至滤纸上，洗涤沉淀 10 次，再用去离子水洗涤沉淀 3~5 次，弃去滤液。

4.5.4.2.2 将沉淀（4.5.4.2.1）转移至 300 mL 烧杯中，加入 30 mL 硝酸（4.2.3）、10 mL 高氯酸（4.2.5），加热至冒高氯酸白烟，并蒸至近干，取下冷却。加入 10 mL 盐酸（4.2.8）、0.5 mL 过氧化氢（4.2.6），加热溶解盐类。若有硅或不溶物，中速滤纸过滤于 300 mL 烧杯中，盐酸洗液（4.2.12）洗涤烧杯 2~3 次，滤纸 5~6 次。

4.5.4.2.3 将试液（4.5.4.2.2）用水稀释至约 100 mL，煮沸，取下，加入少许纸浆。在不断搅拌下加入 30 mL 近沸的草酸溶液（4.2.13），用盐酸（4.2.8）、氨水（4.2.9）和精密 pH 试纸（4.2.16）或 pH 计（4.2.17）调节 pH 为 2.0；或滴加 2 滴甲酚红指示剂（4.2.14），用氨水（4.2.9）调至溶液呈桔黄色（pH 2.0）。于 80 °C ~ 90 °C 保温 40 min，冷却至室温，放置 2 h。

4.5.4.2.4 用慢速定量滤纸过滤，草酸洗液（4.2.15）洗涤烧杯 3~4 次，用 1/4 块滤纸擦拭烧杯，将沉淀全部转移至滤纸上，洗涤沉淀 8~10 次。滤液视情况保留。

4.5.4.3 灼烧、恒重

4.5.4.3.1 将沉淀连同滤纸放入 950 °C 灼烧至质量恒定的铂坩埚或瓷坩埚（4.3.4）中，低温加热，将沉淀和滤纸灰化。将坩埚和沉淀于 950 °C 高温炉中灼烧 1 h。将坩埚及烧成的氧化稀土置于干燥器中，冷却至室温，称其质量。

4.5.4.3.2 重复 4.5.4.3.1 操作，直至坩埚连同烧成物的质量恒定。

4.5.4.4 草沉淀液中氧化镱、氧化钇含量的补正

当试样中出现一定量的镱、钇含量时，草酸沉淀滤液需采用电感耦合等离子体原子发射光谱仪（4.3.5）测定氧化镱、氧化钇含量进行补正。

4.5.4.4.1 补正试液的准备：将滤液（4.5.3.2.4）加热至近干，加入 30 mL 硝酸（4.2.3），再次加热蒸发至约 2 mL。取下冷却，加入 10 mL 盐酸（4.2.8），加热溶解盐类，取下冷却，

移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，待测。

4.5.4.4.2 补正用系列标准溶液的配制：按表 2 移取混合稀土氧化物标准贮存溶液（4.2.20）于 6 个 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸溶液（4.2.8），用水稀释至刻度，混匀。

表 2 补正用系列标准溶液

系列标准溶液编号	标准贮存溶液移取体积/mL	待测氧化物质量浓度/（ $\mu\text{g/mL}$ ）
1	0	0
2	1.00	1.00
3	2.00	2.00
4	5.00	5.00
5	10.00	10.00
6	20.00	20.00

4.5.4.4.3 推荐分析线：镱（328.937 nm、289.138 nm）、钇（377.433 nm、371.030 nm）。

4.5.4.4.4 工作曲线的绘制：在选定仪器工作条件下，将系列标准溶液（4.5.4.4.2）用选定的分析谱线进行氩等离子体光谱测定。以待测元素光信号强度为纵坐标，系列标准溶液质量浓度为横坐标，绘制工作曲线，线性相关系数应 ≥ 0.9995 。

4.5.4.4.5 补正试液的测定：在工作曲线（4.5.4.4.4）符合测定的要求后，将补正试液（4.5.4.4.1）与补正试液用系列标准溶液（4.5.4.4.2），用选定的分析谱线同时进行氩等离子体光谱测定。仪器根据系列标准溶液绘制的工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出补正试液中待测元素的质量浓度。

4.5.4.4.6 草沉滤液中氧化镱、氧化钇补正含量的计算。

草沉滤液中稀土氧化物补正含量以质量分数 B_x 计，按式（1）计算：

$$B_x = \frac{[(\rho_1 - \rho_2) + (\rho_3 - \rho_4)] \cdot V \times 10^{-6}}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

ρ_1 ——计算机输出的试液中氧化镱的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_2 ——计算机输出的空白溶液中氧化镱的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_3 ——计算机输出的试液中氧化钇的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_4 ——计算机输出的空白溶液中氧化钇的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——草沉滤液定容体积，单位为毫升（mL）；

m_1 ——试料的质量，单位为克（g）；

计算结果保留 2 位有效数字，数值修约按照 GB/T 8170 规定执行。

4.6 试验数据处理

稀土总量以稀土氧化物的质量分数 w_x 计，按式（2）计算：

$$w_x = \frac{(m_2 - m_3 - m_4)}{m_1} \times 100\% + B_x \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_2 ——稀土氧化物与坩埚的质量，单位为克（g）；

m_3 ——空坩埚的质量，单位为克（g）；

m_4 ——空白的质量，单位为克（g）；

m_1 ——试料的质量，单位为克（g）；

B_x ——草沉滤液中稀土氧化物补正含量，单位为百分之（%）。

计算结果保留 2 位有效数字，数值修约按照 GB/T 8170 规定执行。

4.7 精密度

4.7.1 精密度原始数据及统计

精密度数据是在 2025 年，由 7 家实验室对 8 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。

4.7.2 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 3 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 3 数据采用线性内插法求得。

表 3 重复性限

质量分数/%	重复性限 r /%
5.32	0.15
8.74	0.17
20.74	0.22
30.62	0.28
49.67	0.37
55.55	0.35
67.80	0.38
73.61	0.34

注：重复性限（ r ）为 $2.8 \times S_r$ ， S_r 为重复性标准差。

4.7.3 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限 R ，超过再现性限 R 的情况不超过 5%，再现性限 R 按表 4 数据采用线性内插法求得。

表 4 再现性限

质量分数/%	再现性限 $R/\%$
5.32	0.20
8.74	0.31
20.74	0.50
30.62	0.39
49.67	0.62
55.55	0.69
67.80	0.64
73.61	0.44

注：再现性限 (R) 为 $2.8 \times S_R$, S_R 为再现性标准差。

5 电感耦合等离子体原子发射光谱法（方法 2）

5.1 方法原理

试料以硫酸、氢氟酸或硫酸、硫酸铵混合酸溶解，经硫酸冒烟，在硫酸介质中，直接以氩等离子体光源激发，进行光谱测定各稀土氧化物含量，加和得到稀土总量。

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。

5.2.1 硫酸铵

5.2.2 氢氟酸 ($\rho=1.16 \text{ g/mL}$)。

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

5.2.4 硝酸 (1+1)。

5.2.5 盐酸 (1+1)。

5.2.6 硫酸 (1+1)。

5.2.7 盐酸 (1+19)。

5.2.8 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 (5.2.5)，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。

5.2.9 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

(5.2.4)，2 mL 过氧化氢 (5.2.3) 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。

5.2.10 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 (5.2.5)，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。

5.2.11 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 (5.2.5)，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。

5.2.12 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 (5.2.5)，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。

5.2.13 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 (5.2.5)，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。

5.2.14 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 (5.2.5)，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。

5.2.15 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 (5.2.5)，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。

5.2.16 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 (5.2.5)，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。

5.2.17 氧化钽标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化钽 [$\omega(\text{Ho}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$, $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（5.2.5），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 氧化钽。

5.2.18 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 [$\omega(\text{Er}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$, $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（5.2.5），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。

5.2.19 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 [$\omega(\text{Tm}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$, $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（5.2.5），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。

5.2.20 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（5.2.5），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。

5.2.21 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 [$\omega(\text{Lu}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$, $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（5.2.5），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。

5.2.22 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（5.2.5），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。

5.2.23 氧化钪标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化钪 [$\omega(\text{Sc}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$, $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（5.2.5），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 氧化钪。

5.2.24 氧化钪基体标准贮存溶液：称取 1.0000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化钪 [$\omega(\text{Sc}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$, $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$]，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸

(5.2.5)，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 氧化钪。

5.2.25 氧化钇基体标准贮存溶液：称取 1.0000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化钇 [$\omega(\text{Y}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$ ， $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$]，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸 (5.2.5)，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。

5.2.26 氧化锆基体标准贮存溶液：称取 3.7020 g 金属锆 [$\omega(\text{Zr}) \geq 99.99\%$]，置于 500 mL 烧杯中，加入 300 mL 硫酸 (5.2.6)，高温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 500 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。

5.2.27 混合稀土氧化物标准贮存溶液I：分别移取标准贮存溶液 (5.2.8~5.2.21) 各 5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，以盐酸(5.2.7)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镱和铟各单一稀土氧化物分别为 50 ug。

5.2.28 混合稀土氧化物标准贮存溶液II：准确移取 10.00 mL 上述混合稀土氧化物标准贮存溶液I (5.2.27) 于 100 mL 容量瓶中，以盐酸(5.2.7)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镱和铟各单一稀土氧化物分别为 5 ug。

5.2.29 混合稀土氧化物标准贮存溶液III：分别移取标准贮存溶液 (5.2.9、5.2.22 和 5.2.23) 各 5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，以盐酸(5.2.7)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铈、钕和铟各单一稀土氧化物分别为 50 ug。

5.2.30 氩气 (体积分数 $\geq 99.99\%$)。

5.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。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，波长范围 160 nm~500 nm；

——应符合 JJG 768 中要求的发射光谱仪检定规程和技术指标；

5.4 样品

5.4.1 样品的粒度应不大于 0.074 mm。

5.4.2 样品经 105 °C~110 °C 干燥 1 h，置于干燥器中，冷却至室温。

5.5 试验步骤

5.5.1 试料

称取 0.20 g 样品 (5.4)，精确至 0.0001 g。

5.5.2 平行试验

平行做 2 份试验。

5.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.5.4 系列标准溶液的配制

按照表 5~表 6 移取混合稀土氧化物标准贮存溶液 I、II、III (5.2.27~5.2.29)、各单一稀土氧化物基体标准贮存溶液 (5.2.24~5.2.25)、氧化锆基体标准贮存溶液 (5.2.26) 于 50 mL 容量瓶中, 其中 2-1~2-7 系列标准溶液中加入 0.25 mL 硫酸 (5.2.6), 用水稀释至刻度, 混匀, 待用。1-1~1-6 系列标准溶液用于分析试液 (5.5.5) 的测定, 2-1~2-7 系列标准溶液用于分取后分析试液 (5.5.5) 的测定, 系列标准溶液浓度见表 7~表 8。

表 5 系列标准溶液移取体积 单位为毫升

标准系列号		1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6
铈锆化合物	Sc ₂ O ₃	1.10	1.10	1.10	1.10	1.10	1.10
	ZrO ₂	8.90	8.90	8.90	8.90	8.90	8.90
钇锆化合物	Y ₂ O ₃	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90
	ZrO ₂	9.10	9.10	9.10	9.10	9.10	9.10
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 6 系列标准溶液移取体积 单位为毫升

	2-1	2-2	2-3	2-4	2-5	2-6	2-7
5.2.22~5.2.23 各稀土氧化物标准贮存溶液	0	—	—	—	—	0.50	1.00
混合稀土氧化物标准贮存溶液 III	—	2.00	4.00	6.00	8.00	—	—

表 7 系列标准溶液浓度 单位为微克每毫升

标准系列号		1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6
铈锆化合物	Sc ₂ O ₃	220	220	220	220	220	220
	ZrO ₂	1780	1780	1780	1780	1780	1780
钇锆化合物	Y ₂ O ₃	180	180	180	180	180	180
	ZrO ₂	1820	1820	1820	1820	1820	1820
La ₂ O ₃ 、CeO ₂ 、Pr ₆ O ₁₁ 、Nd ₂ O ₃ 、Sm ₂ O ₃ 、Eu ₂ O ₃ 、Gd ₂ O ₃ 、Tb ₄ O ₇ 、Dy ₂ O ₃ 、Ho ₂ O ₃ 、Er ₂ O ₃ 、Tm ₂ O ₃ 、Yb ₂ O ₃ 、Lu ₂ O ₃ 、Y ₂ O ₃ 、Sc ₂ O ₃		0	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00

表 8 系列标准溶液浓度 单位为微克每毫升

	2-1	2-2	2-3	2-4	2-5	2-6	2-7
CeO ₂ 、Y ₂ O ₃ 、Sc ₂ O ₃	0	2.00	4.00	6.00	8.00	10.00	20.00

5.5.5 分析试液的制备

5.5.5.1 钪锆化合物分析试液的制备：将试料（5.5.1）置于 100 mL 聚四氟烧杯中，以少量水润湿样品，加入 5 mL 氢氟酸（5.2.2），2 mL 过氧化氢（5.2.3），5 mL 硫酸（5.2.6），盖上盖子，低温加热 30 min 后，升高温度至冒硫酸烟，继续加热至净干，取下冷却。用水洗杯壁和盖子，加入 10 mL 硫酸（5.2.6），低温溶解盐类，取下冷却至室温。将溶液移入 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，用于测定除钪和铈以外的稀土元素含量。分取 5.00 mL 试液于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，用于测定钪和铈含量。

5.5.5.2 铈锆化合物分析试液的制备：将试料（5.5.1）置于 400 mL 烧杯中，以少量水润湿样品，加入 1 g 硫酸铵（5.2.1）、5 mL 硫酸（5.2.6），盖上表面皿，升高温度至冒硫酸烟，继续加热至净干，取下冷却。用水洗杯壁和盖子，加入 10 mL 硫酸（5.2.6），低温溶解盐类，取下冷却至室温。将溶液移入 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，用于测定除铈以外的稀土元素含量。分取 5.00 mL 试液于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，用于测定铈含量。

5.6 测定

5.6.1 推荐分析线见表 9。

表 9 推荐分析线

单位 nm

元素	各稀土锆基化合物中对应元素分析谱线	
	钪锆化合物	铈锆化合物
La	333.749	408.671 333.749
Ce	446.021	407.570 446.021
Pr	410.072 422.293	422.293 410.072
Nd	396.310 406.108	406.108 396.310
Sm	359.259	359.259 442.434
Eu	420.504	397.197
Gd	342.246	342.246
Tb	367.636	367.636
Dy	353.171	353.171
Ho	341.644	381.074
Er	390.631	390.631
Tm	313.125	313.125
Yb	369.419 328.937	369.419

Lu	261.541 219.541	261.541
Y	377.433	371.029
Sc	361.383	255.235

5.6.2 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，依次测定系列准溶液(5.5.4)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。

5.6.3 在标准曲线(5.6.2)符合测定的要求后，立即测定空白溶液（5.5.3）和分析试液(5.5.5)中测定元素的发射强度，仪器根据标准曲线的绘制(5.6.2)，自动进行数据处理，计算并输出各稀土氧化物含量。

5.7 试验数据处理

待测元素 X 的含量以质量分数 w_{2x} 计，按式（3）计算：

$$\omega_{2x} = \frac{(\rho_6 - \rho_5) \cdot v_4 \cdot v_2 \times 10^{-6}}{m_5 \cdot v_3} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ_6 ——分析试液（2.5.6）中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_5 ——空白试液（2.5.3）中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V_4 ——分析试液体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

m_5 ——试料的质量，单位为克（g）；

V_3 ——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

钪化合物中氧化铈、氧化钕的测定下限为 0.02%，其他元素的测定下限为 0.01%。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。

$$w(REO) = \sum_{i=1}^N \frac{(\rho_6 - \rho_5) \cdot v_4 \cdot v_2 \times 10^{-6}}{m_5 \cdot v_3} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

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。

5.8 精密度

5.8.1 精密度原始数据及统计

精密度数据是在 2025 年，由 7 家实验室对 3 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。

5.8.2 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，在表 10 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 10 数据采用线性内插法求得。

表 10 重复性限

质量分数/%	重复性限 r /%
5.31	0.14
8.67	0.17
注：重复性限 (r) 为 $2.8 \times S_r$ ， S_r 为重复性标准差。	

5.8.3 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限 R ，超过再现性限 R 的情况不超过 5%，再现性限 R 按表 11 数据采用线性内插法求得。

表 11 再现性限

质量分数/%	再现性限 R /%
5.31	0.37
8.67	0.56
注：再现性限 (R) 为 $2.8 \times S_R$ ， S_R 为再现性标准差。	