



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

(送审稿)

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：氧化锆和氧化铪含量的测定 苦杏仁酸重量法；

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：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（江西省钨与稀土研究院）、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：X

引 言

稀土锆基化合物是指稀土元素与锆元素形成的多元化合物，包括氧化钇稳定氧化锆（或复合钇锆陶瓷粉）、铈锆复合氧化物、锆酸钇镜、钪稳定氧化锆等，在固体氧化物燃料电池(SOFC)、氧气传感器、尾气或废弃净化催化剂及热障涂层等方面已获得广泛应用。化学成分是稀土锆基化合物产品的重要考核指标，目前缺乏系统、完善的分析方法标准体系。本系列标准将针对稀土锆基化合物中稀土总量、氧化锆和氧化钨含量、稀土杂质、非稀土杂质等化学成分的检测，建立体系化的分析方法。

目前，GB/T XXX《稀土锆基化合物化学分析方法》由2个部分构成：

——第1部分：稀土总量的测定；

——第2部分：氧化锆和氧化钨含量的测定 苦杏仁酸重量法；

上述各个部分标准按稀土锆基化合物生产与贸易中常规的检测元素依次设立，各部分包括一种或多种检测方法，分别明确适用范围、试剂材料与试验设备的选择，规范试验步骤，并经过反复多次的试验和验证给出精密度数据，可以增强不同实验室间数据的一致性和可比性，为稀土锆基化合物产品的品质核查提供严谨、规范的技术手段，有利于促进稀土锆基化合物产品的生产和贸易。

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。电感耦合等离子体发射光谱法在稀土相关标准中已广泛应用，是稀土分析行业常规仪器分析方法，具有分析效率高的优势。对于含量低于15%的稀土总量，本文件同时采用ICP-AES法测定各稀土氧化物含量并加和得到稀土总量。

本文件规定的标准方法在稀土分析行业内规范了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。本文件两个方法的精密度数据是在2025年，分别由7家实验室对稀土锆基化合物中稀土总量的11个不同水平样品进行协同试验确定的。每家实验室对稀土锆基化合物中稀土总量的每个水平在重复性条件下独立测定11次。实验数据按GB/T 6379.2进行统计分析。

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

本文件描述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 2 个方法：草酸盐重量法（方法 1）和电感耦合等离子体发射光谱法（方法 2）。方法 1 适用于氧化钇稳定氧化锆（或复合钇锆陶瓷粉）、铈锆复合氧化物、和锆酸钪中稀土总量的测定，测定范围（质量分数）：5.00 % ~ 75.00 %；方法 2 适用于氧化钇稳定氧化锆（或复合钇锆陶瓷粉）和钪稳定氧化锆中稀土总量的测定，测定范围（质量分数）：5.00 % ~ 15.00 %。

当本文件中测定范围出现重叠时，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 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

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 方法提要

试料经硫酸-硫酸铵分解后，氢氟酸沉淀稀土；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。对于氧化钇稳定氧化锆和锆酸钪样品，用电感耦合等离子体发射光谱法测定草酸沉淀滤液中稀土量，进行补差。

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($\omega(\text{H}_2\text{O}_2)\geq 30\%$)。

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(2 g/L)。

4.2.16 精密 pH 试纸(0.5~5.0)。

4.2.17 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(4.2.8), 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。

4.2.18 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(4.2.8), 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。

4.2.19 混合稀土氧化物标准贮存溶液: 分别移取标准贮存溶液(4.2.17 和 4.2.18) 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 盐酸(4.2.8), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含氧化镱、氧化钇分别为 100 μg 。

4.3 仪器设备

4.3.1 分析天平, 分度值 0.1 mg。

4.3.2 高温炉, 温度上限不低于 1000 °C。

4.3.3 干燥箱, 温度上限不低于 110 °C。

4.3.4 坩埚（铂坩锅或瓷坩埚）。

4.3.5 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：

——应符合 JJG 768 中要求的发射光谱仪检定规程和技术指标。

——测定元素的推荐分析谱线波长见表 1。

表 1 推荐分析谱线波长

单位：纳米

测定元素	波长
镱	328.937、289.138
钇	377.433、371.030

4.4 样品

4.4.1 样品应制备成粉末状，粒径不大于 0.15 mm。

4.4.2 样品于 105 ℃~110 ℃干燥箱内干燥 1 h，取出置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

4.5 试验步骤

4.5.1 试料

按表 2 称取样品（4.4），精确至 0.0001 g。

表 2 样品称样量

稀土总量/%	试料/g
5.00 ~ 20.00	0.50
> 20.00 ~ 75.00	0.30

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 测定

4.5.4.1 试料的溶解

将试料（4.5.1）置于 300 mL 烧杯中，加入 4 g 硫酸铵（4.2.1）、20 mL 硫酸（4.2.7）、2 mL 过氧化氢（4.2.6），盖上表面皿，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 ℃，使硫酸烟回流，直至试样溶解清亮。取下，冷却至室温。用水洗杯壁和表面皿，沿烧杯壁小心吹入约 30 mL 水（对于铈锆复合氧化物试料吹入约 100 mL 水），小心摇动烧杯使盐类溶解，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，加入适量滤纸浆，稍加热，边搅拌边小心加入 30 mL 氢氟酸（4.2.4），于 80℃~90℃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，用小块滤纸擦拭烧杯，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，加入适量纸浆。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）调节 pH 为 2.0；或滴加 2 滴甲酚红溶液（4.2.14），用氨水（4.2.9）调至溶液呈桔黄色（pH 2.0）。于 80℃~90℃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，用小块滤纸擦拭烧杯，将沉淀全部转移至滤纸上，洗涤沉淀 8~10 次。对于氧化钪稳定氧化锆和锆酸钪样品，须保留滤液，滤液接收于 500 mL 烧杯中。

4.5.4.3 灼烧、恒重

4.5.4.3.1 将沉淀连同滤纸放入 950℃灼烧至质量恒定的坩埚（4.3.4）中，低温加热，将沉淀和滤纸灰化。将坩埚和沉淀于 950℃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 草酸沉淀滤液中氧化钪、氧化钇含量的测定

对于氧化钪稳定氧化锆样品，采用电感耦合等离子体发射光谱仪（4.3.5）测定草酸沉淀滤液（4.5.4.2.4）中氧化钪含量，进行补差；对于锆酸钪样品，采用电感耦合等离子体发射光谱仪（4.3.5）测定草酸沉淀滤液（4.5.4.2.4）中氧化钪、氧化钇含量，进行补差。

4.5.4.4.1 分析试液的准备

将滤液（4.5.4.2.4）低温蒸至近干，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 系列标准溶液的配制

按表 3 移取混合稀土氧化物标准贮存溶液（4.2.19）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 3 系列标准溶液

系列标准溶液编号	标准贮存溶液 (4.2.19) 移取体积/mL	氧化镱、氧化钪质量浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)
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 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 。

4.5.4.4.4 分析试液的测定

在工作曲线（4.5.4.4.3）符合测定的要求后，将分析试液（4.5.4.4.1）用选定的分析谱线进行氩等离子体光谱测定。仪器根据工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出分析试液中待测元素的质量浓度。

4.6 试验数据处理

4.6.1 草酸沉淀滤液中氧化镱、氧化钪含量的计算

草酸沉淀滤液中氧化镱、氧化钪含量以质量分数 B_x 计，按式（1）计算：

$$B_x = \frac{(\rho_1 - \rho_2) \cdot V \times 10^{-6}}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

ρ_1 ——计算机输出的试液中待测稀土氧化物的质量浓度，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待测稀土氧化物的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——草酸沉淀液定容体积，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。

4.6.2 稀土总量的计算

稀土总量以稀土氧化物的质量分数 ω_x 计，按式（2）计算：

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

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 ——草沉滤液中氧化镱、氧化钇含量，单位为百分之（%）；当样品中不含氧化镱及氧化钇时， B_x 为零。

两次平行测定结果的绝对差值不大于表 4 中相应重复性限时，取其平均值作为测定结果，所得结果保留至小数点后两位，数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

4.7 精密度

4.7.1 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共同试验确定的。每个实验室对每个稀土总量的水平在重复性条件独立测定 11 次。试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析。

4.7.2 重复性和再现性

共同试验统计结果表明，稀土总量与其重复性限（ r ）和再现性限（ R ）间呈线性关系，函数关系式计算结果见表 4。共同试验的详细结果见附录 A。在重复性条件下，获得的两次独立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%。在再现性条件下，获得的两次独立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%。

表 4 精密度

稀土总量的质量分数 %	重复性限 r %	再现性限 R %
5.00~75.00	$r = 0.0030 \omega_x + 0.1472$	$R = 0.0047 \omega_x + 0.2106$
注：式中 ω_x 是测定值的平均值，以质量分数表示。		

5 电感耦合等离子体发射光谱法（方法 2）

5.1 方法提要

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，于电感耦合等离子体发射光谱仪选定波长下，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（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 氧化钬。

5.2.18 氧化铒标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化铒 [$\omega(\text{Er}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$, $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$]，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 氧化铒。

5.2.19 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（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 氧化铥。

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（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。

5.2.22 氧化铀标准贮存溶液：称取 0.1000 g 经 950 °C 灼烧 1 h 的氧化铀 [$\omega(\text{Y}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$, $\omega(\text{REO}) \geq 99.5\%$]，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 氧化铀。

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、铟、铪、铌、钨、钽和铀各单一稀土氧化物分别为 50 μg 。

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、铟、铪、铌、钨、钽和铀各单一稀土氧化物分别为 5 μg 。

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、钕和铀各单一稀土氧化物分别为 50 μg 。

5.2.30 内标溶液：称取 0.1000 g 纯钴 [$\omega(\text{Co}) \geq 99.95\%$]，置于 150 mL 烧杯中，加入 2 mL 硝酸 (5.2.4)，加热溶解、煮沸除去氮的氧化物，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 钴。

5.3 仪器设备

5.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——符合 JJG 768 中检定规程和技术指标。

——测定元素的推荐分析谱线波长见表 6。

表 6 推荐分析谱线波长

单位 纳米

测定元素	波长
------	----

	钪稳定氧化锆	氧化钇稳定氧化锆（或复合钇锆陶瓷粉）
镧	333.749	408.671 333.749
铈	446.021 413.765	446.021 413.765
镨	422.293 410.072	422.293 410.072
钕	406.108 396.310	406.108 396.310
钐	359.259	359.259 442.434
铕	420.504 272.778	397.197 272.778
钆	342.246	342.246
铽	367.636	367.636
镱	353.171	353.171
铥	341.644	381.074
镱	390.631	390.631
铪	313.125	313.125
铌	369.419 328.937	369.419
钽	261.541 219.556	261.541
钷	377.433	371.029
铈	361.383	255.235
注：当加入内标溶液时，钆的分析谱线波长为 238.892。		

5.3.2 干燥箱，温度上限不低于 110 °C。

5.4 样品

5.4.1 样品应制备成粉末状，粒径不大于 0.15 mm。

5.4.2 样品于 105 °C~110 °C 干燥箱内干燥 1 h，取出置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

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

平行做两份试验。

5.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.5.4 分析试液的制备

5.5.4.1 钪稳定氧化锆分析试液的制备

将试料（5.5.1）置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，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）和 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，蒸至近干，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。

5.5.4.2 氧化钇稳定氧化锆（或复合钇锆陶瓷粉）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，蒸至近干，取下冷却。用水洗杯壁和表面皿，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，用于测定除钇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，用于测定钇含量。

注：分取后试液，可选择性加入 1.00 mL 内标溶液（5.2.30）。

5.5.5 系列标准溶液的配制

按照表 7、表 9 移取氧化钇标准贮存溶液（5.2.22）、氧化钪标准贮存溶液（5.2.23）、氧化钪基体标准贮存溶液（5.2.24）、氧化钇基体标准贮存溶液（5.2.25）、氧化锆基体标准贮存溶液（5.2.26）和混合稀土氧化物标准贮存溶液 I、II、III（5.2.27~5.2.29）于 50 mL 容量瓶中，其中 2-1~2-7 系列标准溶液中补加 0.25 mL 硫酸（5.2.6），用水稀释至刻度，混匀，待用，系列标准溶液浓度见表 8 和表 10。1-1~1-6 系列 1 标准溶液用于分析试液（5.5.4）的测定，2-1~2-7 系列 2 标准溶液用于分取后分析试液（5.5.4）的测定。同时，2-1~2-7 系列标准溶液中，可选择性加入 0.50 mL 内标溶液（5.2.30）。

表 7 钪稳定氧化锆系列 1 和系列 2 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	—
Sc ₂ O ₃ （5.2.24）	1.10	1.10	1.10	1.10	1.10	1.10	—
ZrO ₂ （5.2.26）	8.90	8.90	8.90	8.90	8.90	8.90	—
混合稀土氧化物标准贮存溶液 I（5.2.27）	0	—	—	1.00	2.00	5.00	—
混合稀土氧化物标准贮存溶液 II（5.2.28）	—	1.00	5.00	—	—	—	—
标准系列号	2-1	2-2	2-3	2-4	2-5	2-6	2-7
Sc ₂ O ₃ （5.2.23）	0	—	—	—	—	0.50	1.00
混合稀土氧化物标准贮存溶液 III（5.2.29）	—	2.00	4.00	6.00	8.00	—	—

表 8 钪稳定氧化锆系列 1 和系列 2 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	—
-------	-----	-----	-----	-----	-----	-----	---

Sc ₂ O ₃	220	220	220	220	220	220	—
ZrO ₂	1780	1780	1780	1780	1780	1780	—
La ₂ O ₃ 、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 、	0	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00	—
标准系列号	2-1	2-2	2-3	2-4	2-5	2-6	2-7
Sc ₂ O ₃	0	2.00	4.00	6.00	8.00	10.00	20.00
CeO ₂	0	2.00	4.00	6.00	8.00	—	—

表9 氧化钇稳定氧化锆（或复合钇锆陶瓷粉）系列1和系列2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	—
Y ₂ O ₃ (5.2.25)	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90	0.90	—
ZrO ₂ (5.2.26)	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 (5.2.27)	0	—	—	1.00	2.00	5.00	—
混合稀土氧化物标准 贮存溶液II (5.2.28)	—	1.00	5.00	—	—	—	—
标准系列号	2-1	2-2	2-3	2-4	2-5	2-6	2-7
Y ₂ O ₃ (5.2.22)	0	—	—	—	—	0.50	1.00
混合稀土氧化物标准 贮存溶液III (5.2.29)	—	2.00	4.00	6.00	8.00	—	—

表10 氧化钇稳定氧化锆（或复合钇锆陶瓷粉）系列1和系列2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	—
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 、Sc ₂ O ₃	0	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00	—
标准系列号	2-1	2-2	2-3	2-4	2-5	2-6	2-7
Y ₂ O ₃	0	2.00	4.00	6.00	8.00	10.00	20.00

5.6 测定

5.6.1 工作曲线的绘制

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

列准溶液(5.5.5)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。

5.6.2 分析试液的测定

在工作曲线(5.6.1)符合测定的要求后，立即测定空白溶液（5.5.3）和分析试液(5.5.4)中测定元素的发射强度，仪器根据标准曲线的绘制(5.6.1)，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

5.7.1 各稀土氧化物含量的试验数据处理

各稀土氧化物含量以质量分数 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（5.5.4）中待测稀土氧化物的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_5 ——空白试液（5.5.3）中待测稀土氧化物的质量浓度，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）。

当结果小于 1%时，保留两位有效数字；当结果 $\geq 1\%$ 时，保留至小数点后两位，数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

5.7.2 稀土总量的试验数据处理

稀土总量以稀土氧化物的质量分数 w_{REO} 计，按式（4）计算：

$$\omega_{REO} = \sum \omega_{2x} \dots\dots\dots (4)$$

当氧化铈、氧化钕的检测结果小于 0.02%，其他稀土元素的检测结果小于 0.01%时，以零计。两次平行测定结果的绝对差值不大于表 11 中相应重复性限时，取其平均值作为测定结果，所得结果保留至小数点后两位，数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

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 11 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 11 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 11 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 11 重复性限

质量分数/%	重复性限 r /%
5.35	0.13
8.73	0.14
14.88	0.20
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 12 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 12 再现性限

质量分数/%	再现性限 R /%
5.35	0.26
8.73	0.34
14.88	0.42
注：再现性限 (R) 为 $2.8 \times S_R$ ， S_R 为再现性标准差。	

附录 A
(资料性)

共同试验所得详细结果

共同试验所得详细结果见表 A.1。

表 A.1 共同试验所得详细结果

序号	试样	稀土总量的质量分数 %	重复性限 r %	再现性限 R %
1	氧化钇稳定氧化锆	5.33	0.14	0.19
2	氧化钇稳定氧化锆	8.74	0.18	0.27
3	锆酸钇镜	20.75	0.20	0.30
4	铈锆复合氧化物	30.63	0.26	0.38
5	铈锆复合氧化物	49.64	0.33	0.45
6	锆酸钇镜	55.53	0.30	0.52
7	铈锆复合氧化物	67.79	0.34	0.60
8	铈锆复合氧化物	73.61	0.35	0.45