

中华人民共和国国家市场监督管理总局

中国国家标准化管理委员会

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

稀土精矿化学分析方法

第8部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

Chemical analysis methods of rare earth concentrates –

Part 8:Determination of fifteen rare earth oxcide relative contents –

Inductively coupled plasma optical emission spectrometry

(预审稿)

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

CCS H 14

CCSc

GB/T 18114.8—202X

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 18114《稀土精矿化学分析方法》的第8部分。GB/T 18114已经发布了以下部分：

——第1部分：稀土氧化物总量的测定 重量法；

——第2部分：氧化钍量的测定；

——第3部分：氧化钙量的测定；

——第4部分：氧化铌、氧化锆、氧化钛量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；

——第5部分：氧化铝量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；

——第6部分：二氧化硅量的测定；

——第7部分：氧化铁量的测定 重铬酸钾滴定法；

——第8部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；

——第9部分：五氧化二磷量的测定 磷铋钼蓝分光光度法；

——第10部分：水分的测定 重量法；

——第11部分：氟量的测定 EDTA滴定法。

本文件代替GB/T 18114.8-2010《稀土精矿化学分析方法 第8部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》，与GB/T 18114.8-2010相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 增加X射线荧光光谱法测定稀土氧化物量。

b) 调整电感耦合等离子体发射光谱法的测定范围，将氧化镨、氧化钕由1.00%-10.00%修改为1.00%-20.00%，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、氧化钇由0.10%-10.00%修改为0.050%-10.00%；

c) 电感耦合等离子体发射光谱法增加盐酸、高氯酸溶解样品制备分析试液；

d) 修改电感耦合等离子体发射光谱法中“系列标准溶液的制备”；

e) 修改电感耦合等离子体发射光谱法“允许差”条款为“再现性”条款；

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。

本文件方法1起草单位：包头稀土研究院

本部分主要起草人：

本文件方法2起草单位：中国北方稀土高科技股份有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、湖南稀土金属材料研究院有限责任公司、厦门稀土材料研究室、国家钨与稀土质量检验检测中心、国标（北京）检验认证股份有限公司

本文件主要起草人：

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

GB/T 18114.8-2010；

——本次为第二次修订。

。

引 言

稀土精矿是指稀土矿石经选矿富集后，稀土含量达到冶炼要求的产品。其稀土元素自然配分不发生变化。

随着稀土工艺升级改进、仪器技术的发展和国内外市场稀土矿产品的变化，对稀土精矿中氧化物配分量分析精度要求也越来越高。

这主要是稀土产业链整体水平在提高，从稀土精矿到稀土冶炼产生的氯化稀土（包括单一氯化稀土）到碳酸稀土、氧化稀土等，对分析精度的要求是越来越高。

而原国标方法的精度已经不适合当前产品的要求，需要提高分析精度，降低分析的测定下限。

根据检测对象、检测方法的不同以及各稀土金属与稀土氧化物基体的差异等，GB/T 18114由11个部分构成：

——第1部分：稀土氧化物总量的测定 重量法；

——第2部分：氧化钍量的测定；

——第3部分：氧化钙量的测定；

——第4部分：氧化铌、氧化锆、氧化钛量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；

——第5部分：氧化铝量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；

——第6部分：二氧化硅量的测定；

——第7部分：氧化铁量的测定 重铬酸钾滴定法；

——第8部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；

——第9部分：五氧化二磷量的测定 磷铋钼蓝分光光度法；

——第10部分：水分的测定 重量法；

——第11部分：氟量的测定 EDTA滴定法。

上述各个部分标准按稀土精矿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，并经过多家实验室多次试验和验证给出精密度数据，为稀土精矿品质核查建立严谨、规范的标准化工作基础。

目前，在稀土精矿的生产和交易过程中，均有十五个稀土元素氧化物配分量的限制要求，但目前由于测定下限高，配分量中除镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、钇之外，其他稀土元素并没有计入计算结果中，均按分析下限<0.1%处理。这部分的配分量没有纳入计算是不合理的。鉴于上述等原因，对原有标准进行修订。

稀土精矿化学分析方法

第8部分：十五个稀土元素氧化物配分量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

1. 范围

本文件规定了稀土精矿中十五个稀土元素氧化物配分量的测定方法。

本文件适用于稀土精矿中十五个稀土元素氧化物配分量的的测定。测定范围见表1。

表1 测定范围

|  |  |
| --- | --- |
| 氧化物 | 测定范围（配分量） / ％ |
| 氧化镧、氧化铈 | 15.00～60.00 |
| 氧化镨、氧化钕 | 1.00～20.00 |
| 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 | 0.050～10.00 |

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 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

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 方法提要

试料经碱熔，过滤后，盐酸酸化。在稀酸介质中，直接以氩等离子体光源激发，进行光谱测定，测定结果进行归一化处理。

5　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实验室GB/T 6682规定的二级水及以上蒸馏水或去离子水或纯度相当的水，优先使用有证标准溶液。

5.2.1氢氧化钠。

5.2.2过氧化钠。

5.2.3 盐酸（ρ1.19g/mL）。

5.2.4硝酸 (ρ1.42g/mL)。

5.2.5高氯酸（ρ1.67 g/mL）。

5.2.6过氧化氢（30%）。

5.2.7盐酸（1+1）。

5.2.8盐酸（1+19）。

5.2.9硝酸（1+1）。

5.2.10氢氧化钠洗液（10g/L）。

5.2.11氧化镧标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化镧[*w*(REO)>99.5%，*w*(La2O3/REO)>99.99%]，置于100mL烧杯中，加10mL盐酸（5.2.7），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化镧。再将此溶液用盐酸（5.2.8）稀释成1mL含100µg和1mL含10µg氧化镧的标准溶液。

5.2.12氧化铈标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化铈[*w*(REO)>99.5%，*w*(CeO2/REO)>99.99%]，置于100mL烧杯中，加10mL硝酸（5.2.9）， 低温加热，并滴加过氧化氢（5.2.6） 至溶解完全， 冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化铈。再将此溶液用盐酸（5.2.8）稀释成1mL含100µg和1mL含10µg氧化铈的标准溶液。

5.2.13氧化镨标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化镨[*w*(REO)>99.5%，*w*(Pr6O11/REO)>99.99%]，置于100mL烧杯中，加10mL盐酸（5.2.7），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化镨。再将此溶液用盐酸（5.2.8）稀释成1mL含100µg和1mL含10µg氧化镨的标准溶液。

5.2.14氧化钕标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化钕[w(REO)>99.5%，*w*(Nd2O3/REO)>99.99%]，置于100mL烧杯中，加10mL盐酸（5.2.7），低温加热至溶解完全，冷却至 室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化钕。再将此溶液用盐酸（5.2.8）稀释成1mL含100µg和1mL含10µg氧化钕的标准溶液。

5.2.15氧化钐标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化钐[*w*(REO)>99.5%，*w*(Sm2O3/REO)>99.99%]，置于100mL烧杯中，加10mL盐酸（5.2.7），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化钐。再将此溶液用盐酸（5.2.8）稀释成1mL含100µg和1mL含10µg氧化钐的标准溶液。

5.2.16氧化铕标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化铕[*w*(REO)>99.5%，*w*(Eu2O3/REO)>99.99%]，置于100mL烧杯中，加10mL盐酸（5.2.7），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化铕。再将此溶液用盐酸（5.2.8）稀释成1mL含100µg和1mL含10µg氧化铕的标准溶液。

5.2.17氧化钆标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化钆[*w*(REO)>99.5%，*w*(Gd2O3/REO)>99.99%]置于100mL 烧杯中，加10mL盐酸（5.2.7），低温加热溶解至清，取下冷却，溶液移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含1mg氧化钆。再将此溶液用盐酸（5.2.8）稀释成1mL含100µg和1mL含10µg氧化钆的标准溶液。

5.2.18氧化铽标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化铽[*w*(REO)>99.5%，*w*(Tb4O7/REO)>99.99%]，置于100mL烧杯中，加10mL硝酸（5.2.9），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化铽。再将此溶液用盐酸（5.2.8）稀释成1mL含100µg和1mL含10µg氧化铽的标准溶液。

5.2.19氧化镝标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化镝[*w*(REO)>99.5%，*w*(Dy2O3/REO)>99.99%]，置于100mL烧杯中，加10mL盐酸（5.2.7），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化镝。再将此溶液用盐酸（5.2.8）稀释成1mL含100µg和1mL含10µg氧化镝的标准溶液。

5.2.20氧化钬标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化钬[*w*(REO)>99.5%，*w*(Ho2O3/REO)>99.99%]，置于100mL烧杯中，加10mL盐酸（5.2.7），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化钬。再将此溶液用盐酸（5.2.8）稀释成1mL含100µg和1mL含10µg氧化钬的标准溶液。

5.2.21氧化铒标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化铒[*w*(REO)>99.5%，*w*(Er2O3/REO)>99.99%]，置于100mL烧杯中，加10mL盐酸（5.2.7），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化铒。再将此溶液用盐酸（5.2.8）稀释成1mL含100µg和1mL含10µg氧化铒的标准溶液。

5.2.22氧化铥标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化铥[*w*(REO)>99.5%，*w*(Tm2O3/REO)>99.99%]，置于100mL烧杯中，加10mL盐酸（5.2.7），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化铥。再将此溶液用盐酸（5.2.8）稀释成1mL含100µg和1mL含10µg氧化铥的标准溶液。

5.2.23氧化镱标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化镱[*w*(REO)>99.5%，*w*(Yb2O3/REO)>99.99%]，置于100mL烧杯中，加10mL盐酸（5.2.7），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化镱。再将此溶液用盐酸（5.2.8）稀释成1mL含100µg和1mL含10µg氧化镱的标准溶液。

5.2.24氧化镥标准贮存溶液：称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化镥[*w*(REO)>99.5%，*w*(Lu2O3/REO)>99.99%]，置于100mL烧杯中，加10mL盐酸（5.2.7），低温加热至溶解完全，冷却至室温，溶液移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化镥。再将此溶液用盐酸（5.2.8）稀释成1mL含100µg和1mL含10µg氧化镥的标准溶液。

5.2.25氧化钇标准贮存溶液:称取0.1000g经950℃灼烧1h的氧化钇[*w*(REO)>99.5%，*w*(Y2O3/REO)>99.99%]，置于100mL烧杯中，加10mL盐酸（5.2.7），低温加热至溶解完全，冷却至室温，溶液移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg氧化钇。再将此溶液用盐酸（5.2.8）稀释成1mL含100µg和1mL含10µg氧化钇的标准溶液。

5.2.26氩气（体积分数≥99.99%）。

6　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：

——分辨率小于0.006 nm（200 nm处），波长范围200 nm~800 nm；

——精密度：用1.0 μg/mL的铜标准溶液测量发射强度10次，其相对标准偏差不超过2.0%；

——氩等离子体光源。

7　试样

7.1样品的粒度应不大于0.074mm。

7.2样品经105℃~110℃干燥2h，置于干燥器中冷却至室温。

8　试验步骤

8.1　试料

8.1.1碱熔用料

称取0.50g试样（7），精确至0.0001g。

8.1.2酸溶用料

称取0.20g试样（7），精确至0.0001g。

8.2　平行试验

平行做两份试验。

8.3　空白试验

随同试料做空白试验。

8.4　测定

8.4.1 分析试液的制备（碱熔）

8.4.1.1将试料(8.1.1)置于30mL镍坩埚[盛有3g氢氧化钠(5.1)预先已加热除去水分]中，覆盖1.5g过氧化钠(5.2)，加热除去水分，摇动坩埚使试样散开，盖好坩埚盖，置于750℃马弗炉中熔融至缨红并保持5min~10min(中间取出摇动一次)，取出稍冷。

8.4.1.2将坩埚置于盛有120mL热水的烧杯中浸取。待剧烈作用停止后，用水冲洗坩埚及外壁，加入2mL盐酸溶液(5.7)洗涤坩埚，用水洗净取出坩埚及坩埚盖，控制体积约180mL。将溶液煮沸2min,稍冷。用中速滤纸过滤，以氢氧化钠溶液(5.10)洗涤烧杯2~3次，洗涤沉淀5~6次。

8.4.1.3将沉淀连同滤纸放入原烧杯中，加入30mL硝酸(5.4)、3mL~5mL高氯酸(5.5)，盖上表面纸和溶解沉淀。待剧烈作用停止后，继续冒烟并蒸至体积约2mL~3mL,取下，冷却至室温，加入5mL盐酸(5.7)，加热，溶解清亮，取下，冷却至室温。

8.4.1.4将试液(8.4.1.3)转移至250mL容量瓶中以水稀释至刻度，混匀。移取5.00mL该试液于50mL容量瓶中，以盐酸(5.8)稀释至刻度，混匀。

8.4.2分析试液的制备（酸溶）

8.4.2.1将试料(8.1.2)置于50mL烧杯中，加5mL盐酸（5.3），10mL高氯酸（5.5），于电炉加热至高氯酸烟冒尽，大气泡消失，液面趋于平静，取下，冷却至室温，加2 mL过氧化氢（5.6），10mL盐酸（5.7）加热，溶解至清，取下，冷却至室温。

8.4.2.2将试液(8.4.2.1)转移至100mL容量瓶中以水稀释至刻度，混匀。移取5.00mL该试液于50mL容量瓶中，以盐酸(5.8)稀释至刻度，混匀待用。

8.4.3系列标准溶液的制备

将各稀土氧化物标准溶液（5.11～5.25）按表2分别移入6个200mL容量瓶中，并加入8mL盐酸（5.7），以水稀释至刻度，制得标准系列溶液，标准系列溶液质量浓度见表2。

表2 系列标准溶液浓度

单位为微克每毫升

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液标号 | 各稀土质量浓度 | | | | | | | | | | | | | |
| 氧化镧 | 氧化铈 | | 氧化镨 | | 氧化钕 | | 氧化钐 | | 氧化铕 | | 氧化钆 | | 氧化铽 |
| 1 | 0 | 0 | | 0 | | 0 | | 0 | | 0 | | 0 | | 0 |
| 2 | 2 | 2 | | 0.2 | | 0.2 | | 0.1 | | 0.1 | | 0.1 | | 0.1 |
| 3 | 10.00 | 10.00 | | 1.00 | | 1.00 | | 0.50 | | 0.50 | | 0.50 | | 0.50 |
| 4 | 20.00 | 20.00 | | 2.00 | | 2.00 | | 1.00 | | 1.00 | | 1.00 | | 1.00 |
| 5 | 30.00 | 30.00 | | 5.00 | | 5.00 | | 2.00 | | 2.00 | | 2.00 | | 2.00 |
| 6 | 50.00 | 60.00 | | 10.00 | | 20.00 | | 5.00 | | 5.00 | | 5.00 | | 5.00 |
| 标液标号 | 各稀土质量浓度 | | | | | | | | | | | | | |
| 氧化镝 | | 氧化钬 | | 氧化铒 | | 氧化铥 | | 氧化镱 | | 氧化镥 | | | 氧化钇 |
| 1 | 0 | | 0 | | 0 | | 0 | | 0 | | 0 | | 0 | |
| 2 | 0.1 | | 0.1 | | 0.1 | | 0.1 | | 0.1 | | 0.1 | | 0.1 | |
| 3 | 0.50 | | 0.50 | | 0.50 | | 0.50 | | 0.50 | | 0.50 | | 0.50 | |
| 4 | 1.00 | | 1.00 | | 1.00 | | 1.00 | | 1.00 | | 1.00 | | 1.00 | |
| 5 | 2.00 | | 2.00 | | 2.00 | | 2.00 | | 2.00 | | 2.00 | | 2.00 | |
| 6 | 5.00 | | 5.00 | | 5.00 | | 5.00 | | 5.00 | | 5.00 | | 5.00 | |

8.4.4 工作曲线的绘制与测定

8.4.4.1 推荐分析线见表3。

表3 推荐分析线

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 分析线  nm | 元素 | 分析线  nm |
| La | 398.852 | Dy | 353.170 |
| Ce | 446.021 | Ho | 345.600 |
| Pr | 410.070 | Er | 326.478 |
| Nd | 430.358 | Tm | 313.126 |
| Sm | 360.949 | Yb | 328.937 |
| Eu | 272.778 | Lu | 261.542 |
| Gd | 310.050 | Y | 371.030 |
| Tb | 332.440 |  |  |

8.4.4.2 将空白试液（8.3）、分析试液（8.4.1.4或8.4.2.2）与系列标准溶液（8.4.3）依次于电感耦合等离子体原子发射光谱仪选定波长处测定待测元素的发射强度。以标准溶液中待测元素的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。仪器根据工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出空白溶液及分析试液中各稀土质量浓度。

9　试验数据处理

被测稀土元素的质量分数以wi计，按式（1）计算：

 …………………………………………… (1)

式中：

——分析试液中（8.4.1.4）待测稀土元素氧化物的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

——空白溶液（8.3）中待测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

——分析试液中（8.4.1.4）各稀土元素氧化物的质量浓度之和，单位为微克每毫升（µg/mL）。

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。当结果<1.00 %时，保留两位有效数字；当结果≥1.00 %时，保留至小数点后两位。数值修约按GB/T 8170的规定执行。

10　精密度

精密度数据是根据2024年，由6家实验室对稀土精矿4个不同水平样品进行协同试验确定的。每个实验室对对稀土精矿4个不同水平样品中十五个稀土元素氧化物配分量的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。

10.1　重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的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4数据采用线性内插法或外延法求得。

表4-1　重复性限（*r*）(碱熔)

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧化物 | 质量分数 / ％ | 重复性限（*r*）/ % | 氧化物 | 质量分数 / ％ | 重复性限（*r*）/ % |
| 氧化镧 | 22.04 | 0.39 | 氧化铽 | 0.058 | 0.005 |
| 26.32 | 0.54 | 0.241 | 0.008 |
| 27.91 | 0.55 | 0.251 | 0.009 |
| 36.23 | 0.69 | 0.727 | 0.015 |
| 氧化铈 | 46.68 | 0.59 | 氧化镝 | 0.096 | 0.004 |
| 48.74 | 0.61 | 0.283 | 0.008 |
| 51.21 | 0.73 | 0.759 | 0.019 |
| 51.70 | 0.74 | 0.772 | 0.035 |
| 氧化镨 | 3.88 | 0.12 | 氧化钬 | 0.079 | 0.005 |
| 4.93 | 0.13 | 0.145 | 0.007 |
| 5.12 | 0.14 | 0.271 | 0.009 |
| 5.18 | 0.17 | 0.760 | 0.018 |
| 氧化钕 | 10.16 | 0.25 | 氧化铒 | 0.056 | 0.004 |
| 13.89 | 0.33 | 0.178 | 0.008 |
| 14.79 | 0.34 | 0.245 | 0.009 |
| 17.21 | 0.36 | 0.735 | 0.020 |
| 氧化钐 | 0.684 | 0.035 | 氧化铥 | 0.054 | 0.004 |
| 1.099 | 0.047 | 0.060 | 0.005 |
| 1.149 | 0.050 | 0.244 | 0.009 |
| 2.972 | 0.066 | 0.744 | 0.019 |
| 氧化铕 | 0.102 | 0.005 | 氧化镱 | 0.050 | 0.003 |
| 0.174 | 0.008 | 0.063 | 0.004 |
| 0.206 | 0.011 | 0.244 | 0.008 |
| 0.210 | 0.014 | 0.749 | 0.034 |
| 氧化钆 | 0.210 | 0.014 | 氧化镥 | 0.053 | 0.003 |
| 0.365 | 0.023 | 0.054 | 0.003 |
| 0.368 | 0.024 | 0.252 | 0.008 |
| 1.773 | 0.054 | 0.751 | 0.017 |
| 氧化钇 | 0.101 | 0.009 |  |  |  |
| 0.251 | 0.011 |  |  |
| 0.259 | 0.015 |  |  |
| 2.479 | 0.052 |  |  |
| 注1：重复性限（r）为2.8×Sr，Sr为重复性限标准偏差。 | | | | | |

表4-2　重复性限（*r*）(酸溶)

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧化物 | 质量分数 / ％ | 重复性限（*r*）/ % | 氧化物 | 质量分数 / ％ | 重复性限（*r*）/ % |
| 氧化镧 | 21.99 | 0.43 | 氧化铽 | 0.060 | 0.004 |
| 26.18 | 0.57 | 0.224 | 0.009 |
| 27.96 | 0.59 | 0.256 | 0.010 |
| 36.15 | 0.62 | 0.741 | 0.017 |
| 氧化铈 | 46.68 | 0.53 | 氧化镝 | 0.097 | 0.005 |
| 48.76 | 0.54 | 0.286 | 0.010 |
| 51.11 | 0.69 | 0.759 | 0.019 |
| 51.64 | 0.74 | 0.766 | 0.037 |
| 氧化镨 | 3.82 | 0.14 | 氧化钬 | 0.079 | 0.005 |
| 4.81 | 0.15 | 0.150 | 0.008 |
| 5.06 | 0.19 | 0.275 | 0.010 |
| 5.08 | 0.20 | 0.761 | 0.016 |
| 氧化钕 | 10.03 | 0.28 | 氧化铒 | 0.056 | 0.003 |
| 14.07 | 0.37 | 0.175 | 0.007 |
| 14.86 | 0.39 | 0.250 | 0.010 |
| 17.18 | 0.42 | 0.735 | 0.018 |
| 氧化钐 | 0.692 | 0.040 | 氧化铥 | 0.053 | 0.003 |
| 1.111 | 0.047 | 0.058 | 0.004 |
| 1.136 | 0.048 | 0.247 | 0.010 |
| 3.012 | 0.066 | 0.751 | 0.023 |
| 氧化铕 | 0.106 | 0.007 | 氧化镱 | 0.051 | 0.004 |
| 0.177 | 0.008 | 0.057 | 0.005 |
| 0.206 | 0.012 | 0.247 | 0.008 |
| 0.208 | 0.017 | 0.747 | 0.015 |
| 氧化钆 | 0.212 | 0.011 | 氧化镥 | 0.053 | 0.004 |
| 0.380 | 0.018 | 0.057 | 0.004 |
| 0.393 | 0.023 | 0.248 | 0.008 |
| 1.853 | 0.061 | 0.748 | 0.018 |
| 氧化钇 | 0.095 | 0.006 |  |  |  |
| 0.253 | 0.013 |  |  |  |
| 0.261 | 0.013 |  |  |  |
| 2.406 | 0.059 |  |  |  |
| 注1：重复性限（r）为2.8×Sr，Sr为重复性限标准偏差。 | | | | | |

10.2　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5数据采用线性内插法或外延法求得。

表5-1　再现性限（*R*）（碱熔）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧化物 | 质量分数 / ％ | 再现性限（R）% | 氧化物 | 质量分数 / ％ | 再现性限（R）% |
| 氧化镧 | 22.04 | 0.61 | 氧化铽 | 0.058 | 0.022 |
| 26.32 | 0.70 | 0.241 | 0.029 |
| 27.91 | 0.76 | 0.251 | 0.040 |
| 36.23 | 0.85 | 0.735 | 0.079 |
| 氧化铈 | 46.68 | 0.64 | 氧化镝 | 0.096 | 0.026 |
| 48.74 | 0.69 | 0.283 | 0.036 |
| 51.21 | 0.82 | 0.759 | 0.054 |
| 51.70 | 0.84 | 0.772 | 0.056 |
| 氧化镨 | 3.88 | 0.18 | 氧化钬 | 0.079 | 0.035 |
| 4.93 | 0.24 | 0.145 | 0.036 |
| 5.12 | 0.27 | 0.271 | 0.057 |
| 5.18 | 0.29 | 0.760 | 0.076 |
| 氧化钕 | 10.16 | 0.36 | 氧化铒 | 0.056 | 0.020 |
| 13.89 | 0.41 | 0.178 | 0.041 |
| 14.79 | 0.45 | 0.245 | 0.047 |
| 17.21 | 0.50 | 0.735 | 0.072 |
| 氧化钐 | 0.684 | 0.067 | 氧化铥 | 0.054 | 0.018 |
| 1.099 | 0.069 | 0.060 | 0.023 |
| 1.149 | 0.074 | 0.244 | 0.047 |
| 2.972 | 0.084 | 0.744 | 0.066 |
| 氧化铕 | 0.102 | 0.009 | 氧化镱 | 0.050 | 0.013 |
| 0.174 | 0.011 | 0.063 | 0.016 |
| 0.206 | 0.014 | 0.244 | 0.044 |
| 0.210 | 0.017 | 0.745 | 0.058 |
| 氧化钆 | 0.210 | 0.027 | 氧化镥 | 0.053 | 0.019 |
| 0.365 | 0.036 | 0.054 | 0.020 |
| 0.368 | 0.037 | 0.252 | 0.036 |
| 1.773 | 0.064 | 0.751 | 0.042 |
| 氧化钇 | 0.101 | 0.018 |  |  |  |
| 0.251 | 0.027 |  |  |
| 0.259 | 0.028 |  |  |
| 2.479 | 0.068 |  |  |
| 注1：再现性限（R）为2.8×SR，SR为再现性限标准偏差。 | | | | | |

表5-2　再现性限（*R*）（酸溶）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧化物 | 质量分数 / ％ | 再现性限（R）% | 氧化物 | 质量分数 / ％ | 再现性限（R）% |
| 氧化镧 | 21.99 | 0.67 | 氧化铽 | 0.060 | 0.023 |
| 26.18 | 0.73 | 0.224 | 0.043 |
| 27.96 | 0.75 | 0.256 | 0.049 |
| 36.15 | 0.81 | 0.741 | 0.073 |
| 氧化铈 | 46.68 | 0.65 | 氧化镝 | 0.097 | 0.020 |
| 48.76 | 0.72 | 0.286 | 0.049 |
| 51.11 | 0.81 | 0.759 | 0.056 |
| 51.64 | 0.87 | 0.766 | 0.057 |
| 氧化镨 | 3.82 | 0.19 | 氧化钬 | 0.079 | 0.038 |
| 4.81 | 0.20 | 0.150 | 0.041 |
| 5.06 | 0.26 | 0.275 | 0.063 |
| 5.08 | 0.26 | 0.761 | 0.094 |
| 氧化钕 | 10.03 | 0.43 | 氧化铒 | 0.056 | 0.015 |
| 14.07 | 0.45 | 0.175 | 0.042 |
| 14.86 | 0.48 | 0.250 | 0.047 |
| 17.18 | 0.59 | 0.735 | 0.078 |
| 氧化钐 | 0.692 | 0.059 | 氧化铥 | 0.053 | 0.019 |
| 1.111 | 0.068 | 0.058 | 0.023 |
| 1.136 | 0.072 | 0.247 | 0.050 |
| 3.012 | 0.082 | 0.751 | 0.067 |
| 氧化铕 | 0.106 | 0.015 | 氧化镱 | 0.051 | 0.015 |
| 0.177 | 0.018 | 0.057 | 0.015 |
| 0.206 | 0.021 | 0.247 | 0.050 |
| 0.208 | 0.023 | 0.747 | 0.066 |
| 氧化钆 | 0.212 | 0.019 | 氧化镥 | 0.053 | 0.016 |
| 0.380 | 0.032 | 0.057 | 0.018 |
| 0.393 | 0.034 | 0.248 | 0.038 |
| 1.853 | 0.069 | 0.748 | 0.044 |
| 氧化钇 | 0.095 | 0.016 |  |  |  |
| 0.253 | 0.022 |  |  |
| 0.261 | 0.025 |  |  |
| 2.406 | 0.066 |  |  |
| 注1：再现性限（R）为2.8×SR，SR为再现性限标准偏差。 | | | | | |