



# 中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0452.2—2023

## 稀土矿石化学分析方法 第2部分：铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、 锰、磷及15个稀土元素含量的测定 混合酸 分解-电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of rare earth ores—Part 2:Determination of aluminium, ferrum,calcium,magnesium,potassium,sodium,titanium,manganese,phosphorus and 15 rare earth elements contents—Mixed acid digestion-inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2023-10-31发布

2024-01-01实施

中华人民共和国自然资源部 发布

## 目 次

前言 .....	III
引言 .....	IV
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	2
3 术语和定义 .....	2
4 原理 .....	2
5 试剂和材料 .....	3
6 仪器设备 .....	3
7 样品 .....	4
8 试验步骤 .....	4
8.1 空白试验 .....	4
8.2 验证试验 .....	4
8.3 样品分解 .....	4
8.4 测定 .....	4
9 试验数据处理 .....	5
10 精密度 .....	5
11 正确度 .....	6
12 质量保证和控制 .....	6
附录A(资料性) 仪器参考工作条件 .....	7
附录 B(资料性) 元素标准储备溶液的配制 .....	9
附录C (资料性) 实验室间准确度协作试验统计结果 .....	12
参考文献 .....	31

## 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》和GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定起草。

本文件是DZ/T 0452—2023《稀土矿石化学分析方法》的第2部分。DZ/T 0452 已经发布了以下部分：

- 第1部分：二氧化硅、三氧化二铝、三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠、二氧化钛、氧化锰、五氧化二磷、锶和钡含量的测定 偏硼酸锂熔融—电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第2部分：铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、锰、磷及15个稀土元素含量的测定 混合酸分解—电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第3部分：锂、铍、铈、镨、钆、铈、铜、锌、镓、铷、铈、钼、铟、铀、钽、钨、铊、铋、钍、铀及15个稀土元素含量的测定 混合酸分解—电感耦合等离子体质谱法。

本文件由中华人民共和国自然资源部提出。

本文件由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会(SAC/TC 93)归口。

本文件起草单位：国家地质实验测试中心。

本文件主要起草人：朱云、张欣、孙红宾、王蕾、马生凤、郭琳、许俊玉、温宏利、安子怡、屈文俊。

## 引 言

稀土是不可再生的重要战略资源，是改造传统产业、发展新兴产业及国防科技不可或缺的关键元素。在稀土探矿、开采、选矿、加工以及贸易过程中，各元素含量的测定贯穿其中。同时，简单快速的分析方法为稀土矿石类矿床综合评价以及稀土矿石的综合利用奠定了基础。本文件以现代分析仪器为依托，建立了能够实现多元素同时测定的DZ/T 0452—2023《稀土矿石化学分析方法》。

DZ/T 0452—2023由三个部分构成。

- 第1部分：二氧化硅、三氧化二铝、三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠、二氧化钛、氧化锰、五氧化二磷、铈和钡含量的测定偏硼酸锂熔融—电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立偏硼酸锂熔融—电感耦合等离子体原子发射光谱法测定稀土矿石中二氧化硅、三氧化二铝、三氧化二铁、氧化钙、氧化镁、氧化钾、氧化钠、二氧化钛、氧化锰、五氧化二磷、铈和钡含量的分析方法。
- 第2部分：铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、锰、磷及15个稀土元素含量的测定 混合酸分解—电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立混合酸分解—电感耦合等离子体原子发射光谱法测定稀土矿石中铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、锰、磷及15个稀土元素含量的分析方法。
- 第3部分：锂、铍、铈、钪、锰、钴、镍、铜、锌、镓、铷、铈、钽、钼、铟、铊、铋、铀及15个稀土元素含量的测定混合酸分解—电感耦合等离子体质谱法。目的在于确立混合酸分解—电感耦合等离子体质谱法测定锂、铍、铈、钪、锰、钴、镍、铜、锌、镓、铷、铈、钽、钼、铟、铊、铋、铀及15个稀土元素含量的分析方法。

目前，稀土矿石的标准分析方法中，主量元素以经典的化学分析方法为主体，没有应用电感耦合等离子体发射光谱仪同时测定稀土矿石中多元素的国家标准方法或者行业标准方法，没有体现出近年来分析技术的进步，本文件的建立完善了稀土矿石的分析方法。本文件针对稀土矿石中的主量元素，明确了样品分解和测定条件，确定了分析方法的检出限、测定范围和精密度，和现有标准方法相比缩短了样品分解流程，为提高分析效率、保证数据质量、促进稀土矿产资源勘查与开发利用提供技术支撑。

## 稀土矿石化学分析方法

### 第2部分：铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、锰、磷及15个稀土元素 含量的测定 混合酸分解—电感耦合等离子体原子发射光谱法

**警示——**使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验，应熟知所述及的化学处理操作和仪器操作安全。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

#### 1 范围

本文件规定了混合酸分解—电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP—AES)法测定稀土矿石中铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、锰、磷及15个稀土元素含量的方法。

本文件适用于稀土矿石中铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、锰、磷及15个稀土元素(钪、镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镱、铟、铊、铋)含量的混合酸分解—电感耦合等离子体原子发射光谱法测定。

方法检出限和测定范围见表1。

**表 1 方法检出限和测定范围**

元素	分析波长( $\lambda$ ) nm	方法检出限 $\mu\text{g/g}$	测定范围
Al	396.153	65	0.022%~20%
Fe	239.562	30	0.010%~15%
Ca	317.933	120	0.04%~15%
Mg	285.213	120	0.04%~10%
K	766.490	21	0.007%~5.0%
Na	589.592	40	0.013%~10%
Ti	334.940	5.5	0.002%~2.5%
Mn	259.372	3.0	0.001%~2.0%
P	213.618	175	0.058%~1%
La	379.478	13	43 $\mu\text{g/g}$ ~25000 $\mu\text{g/g}$
Ce	413.380	17	55 $\mu\text{g/g}$ ~25000 $\mu\text{g/g}$
Pr	414.311	8.5	28 $\mu\text{g/g}$ ~25000 $\mu\text{g/g}$
Nd	406.109	4.5	15 $\mu\text{g/g}$ ~25000 $\mu\text{g/g}$
Sm	442.434	9.5	31 $\mu\text{g/g}$ ~25000 $\mu\text{g/g}$
Eu	381.967	3.6	12 $\mu\text{g/g}$ ~25000 $\mu\text{g/g}$
Gd	335.047	16	51 $\mu\text{g/g}$ ~10000 $\mu\text{g/g}$

表 1 方法检出限和测定范围(续)

元素	分析波长( $\lambda$ ) nm	方法检出限 $\mu\text{g/g}$	测定范围
Tb	350.917	8.0	27 $\mu\text{g/g}$ ~10000 $\mu\text{g/g}$
Dy	353.170	4.1	14 $\mu\text{g/g}$ ~10000 $\mu\text{g/g}$
Ho	339.898	4.0	13 $\mu\text{g/g}$ ~10000 $\mu\text{g/g}$
Er	349.910	9.0	30 $\mu\text{g/g}$ ~10000 $\mu\text{g/g}$
Tm	346.220	11	35 $\mu\text{g/g}$ ~10000 $\mu\text{g/g}$
Yb	328.937	0.3	1.0 $\mu\text{g/g}$ ~10.000 $\mu\text{g/g}$
Lu	261.542	1.5	5.0 $\mu\text{g/g}$ ~10.000 $\mu\text{g/g}$
Y	360.073	0.3	1.0 $\mu\text{g/g}$ ~25000 $\mu\text{g/g}$

注：方法检出限是用带基体的标准溶液10次测定结果的3倍标准偏差乘以稀释因数计算求得，测定范围是用带基体的标准溶液10次测定结果的10倍标准偏差乘以稀释因数计算求得。均为在附录A所列仪器参考工作条件下测定。

## 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 6379.4 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第4部分：确定标准测量方法正确度的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

DZ/T 0130(所有部分) 地质矿产实验室测试质量管理规范

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 原理

稀土矿石样品经盐酸、硝酸、氢氟酸、高氯酸和硫酸加热分解，样品中的被测元素被溶解进入试液中，试液经雾化后由载气引入氦等离子体炬焰中，待测元素的原子或离子被激发到激发态，回到低能态时发射出特征光谱。在一定质量浓度范围内，其特征谱线强度与样品中待测元素的质量浓度成正比，通过测量特征谱线强度计算样品中待测元素的含量。

## 5 试剂和材料

**警示——氢氟酸有毒，并有腐蚀性，操作时应戴乳胶手套，防止与皮肤接触；硫酸具有强烈的腐蚀性和氧化性，需谨慎使用；高氯酸为易爆品，使用时小心！**

**说明：除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上的化学试剂，所用水符合GB/T 6682一级水的要求。**

5.1 盐酸： $\rho=1.19$  g/mL。

5.2 硝酸： $\rho=1.42$  g/mL。

5.3 氢氟酸： $\rho=1.16$  g/mL。

5.4 高氯酸： $\rho=1.67$  g/mL。

5.5 硫酸： $\rho=1.84$  g/mL。

5.6 硫酸溶液(1+1)：用1份硫酸(见5.5)与1份水混合。

5.7 盐酸溶液(1+1)：用1份盐酸(见5.1)与1份水混合。

5.8 盐酸溶液(1+9)：用1份盐酸(见5.1)与9份水混合。

5.9 盐酸溶液(5+95)：用5份盐酸(见5.1)与95份水混合。

5.10 混合酸溶液：用1份硫酸(见5.5)与99份盐酸溶液(1+9)(见5.8)混合。

5.11 单元素标准储备溶液：用有证标准物质配制，具体配制方法参见附录B；也可购买市售有证的单元素储备溶液。

5.12 多元素混合校准溶液：直接用单元素标准储备溶液(见5.11)配制多元素混合校准溶液；也可以用市售(有证标准物质)多元素混合标准溶液稀释得到。配制的校准溶液系列的元素组合、质量浓度见表2，校准溶液的介质为混合酸溶液(见5.10)。

**表 2 校准溶液系列的元素组合和质量浓度**

单位为微克每毫升

校准溶液编号	元素及元素组合	系列0	系列1	系列2	系列3	系列4	系列5
校准溶液1	Al、Fe	0	2.00	20.0	100	150	200
	Mg、Ca	0	2.00	10.0	50.0	100	150
	Na、K	0	2.00	10.0	20.0	30.0	50.0
校准溶液2	Ti、Mn	0	5.00	10.0	20.0	30.0	50.0
	P	0	5.00	10.0	20.0	15.0	20.0
校准溶液3	La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Y	0	5.00	10.0	20.0	30.0	50.0
校准溶液4	Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tb、Yb、Lu	0	5.00	10.0	20.0	15.0	20.0

注：校准溶液中元素质量浓度可根据测定溶液中的元素质量浓度在确定的检测范围内进行调整。

5.13 氩气： $\phi(\text{Ar})\geq 99.996\%$ 。

## 6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪：光学分辨率小于0.009 nm(200 nm处)。

- 6.2 分析天平：感量0.1 mg。
- 6.3 多孔控温电热板：最高温度210℃，控温精度±5℃。
- 6.4 聚四氟乙烯坩埚：容积30 mL。
- 6.5 控温鼓风机干燥箱：最高温度300℃，控温精度±2℃。

## 7 样品

- 7.1 按照GB/T 14505的相关规定，样品的加工粒径应小于74 μm。
- 7.2 样品在105℃±2℃烘箱中预干燥2 h~4 h,然后置于干燥器中冷却至室温。
- 7.3 称取0.1 g 样品，精确至0.1 mg。

## 8 试验步骤

### 8.1 空白试验

随同样品进行双份空白试验，所有试剂取自同一试剂瓶，加入同等的量，采用与样品分解相同的试验步骤。

### 8.2 验证试验

随同样品分析基体相同、含量相近的有证标准物质，制备验证试验溶液。

### 8.3 样品分解

**8.3.1** 将样品(见7.3)置于聚四氟乙烯坩埚(见6.4)中。加入3 mL 盐酸(见5.1)、2 mL 硝酸(见5.2)、3 mL 氢氟酸(见5.3)、1 mL 高氯酸(见5.4)、1 mL 硫酸溶液(1+1)(见5.6)，盖上坩埚盖，将坩埚放在多孔控温电热板(见6.3)上，开启电热板，控制温度为130℃分解样品2 h。

**8.3.2** 洗净坩埚盖并取下，电热板控制温度为150℃继续分解样品2 h，然后将电热板温度升至180℃蒸至高氯酸浓烟冒尽。

**8.3.3** 取下坩埚，冷却至室温，用盐酸溶液(1+9)(见5.8)冲洗坩埚壁，再放在电热板上继续赶酸，直至溶液体积不再变化，重复操作此步骤两次。

**8.3.4** 取下坩埚，加入10 mL 盐酸溶液(1+1)(见5.7)，把坩埚放置在电热板上溶解盐类15 min 后，取下坩埚冷却至室温后，转移至50 mL 容量瓶中用水稀释定容，摇匀备用。此为电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定溶液。

### 8.4 测定

**8.4.1** 按照电感耦合等离子体发射光谱仪操作说明书规定条件启动仪器，仪器启动后至少稳定30 min。

**8.4.2** 建立分析方法，选择元素和波长，设定测定参数(参见附录A)，编制样品分析表。

**8.4.3** 绘制校准曲线：以多元素混合校准溶液(见5.12)系列中待测元素的质量浓度为横坐标、待测元素谱线强度为纵坐标建立校准曲线。校准曲线每点数据至少采集3次，取平均值。

**8.4.4** 测定每批样品时，同时测定空白溶液(见8.1)和标准物质溶液(见8.2)。

**8.4.5** 样品测定间隔用盐酸溶液(5+95)(见5.9)清洗系统。



## 9 试验数据处理

样品溶液中各待测元素含量以质量分数  $w(B)$  计, 数值以“ $\mu\text{g/g}$ ”表示时, 按式(1)计算:

$$w(B) = \frac{(p - p_0) \times V}{m \times 10\,000} \quad \dots\dots\dots (1)$$

数值以“%”表示时, 按式(2)计算:

$$w(B) = \frac{(p - p_0) \times V}{m \times 10\,000} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式(1)和式(2)中:

$p$ ——样品测定溶液(见8.3.4)中待测元素的质量浓度, 单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$p_0$ ——空白溶液(见8.1)中待测元素的质量浓度, 单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$ ——样品测定溶液(见8.3.4)的体积, 单位为毫升( $\text{mL}$ );

$m$ ——称取样品(见7.3)的质量, 单位为克( $\text{g}$ )。

所得结果表示为:  $\times\times.\times\times\%$ 、 $\times.\times\times\%$ 、 $0.\times\times\times\%$ 、 $\times\times.\times\ \mu\text{g/g}$ 、 $\times.\times\times\ \mu\text{g/g}$ 、 $0.\times\times\ \mu\text{g/g}$ 、 $0.0\times\times\ \mu\text{g/g}$ 。

## 10 精密度

10.1 按 GB/T 6379.2 规定的方法, 确定混合酸分解—电感耦合等离子体原子发射光谱法测定稀土矿石中铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、锰、磷及15个稀土元素含量的重复性和再现性(即方法精密度), 统计结果见表3。

10.2 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给出的水平范围内, 其绝对差值不超过重复性限( $r$ ) (置信概率95%)。重复性限( $r$ ) 按表3所列方程式计算。

10.3 在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值, 在表3给出的水平范围内, 其绝对差值不超过再现性限( $R$ ) (置信概率95%)。再现性限( $R$ ) 按表3所列方程式计算。

表3 方法精密度

成分	水平范围(m)	重复性限(r)	再现性限(R)
Al	1.30~10.1	$r=0.040+0.023m$	$R=0.11+0.065m$
Fe <sup>4</sup>	0.50~14.8	$r=0.002+0.033m$	$R=0.014+0.11m$
Ca	0.021~14.9	$r=0.003+0.032m$	$R=0.018+0.12m$
Mg	0.060~1.80	$r=0.004+0.028m$	$R=0.007+0.21m$
K	0.67~4.58	$r=0.015+0.023m$	$R=0.16+0.038m$
Na	0.047~1.50	$r=0.004+0.035m$	$R=0.009+0.19m$
Ti <sup>〃</sup>	0.009~0.59	$r=0.0009+0.046m$	$R=0.005+0.19m$
Mn*	0.043~0.57	$r=0.0005+0.038m$	$R=0.19m$
P <sup>〃</sup>	0.003~0.92	$r=0.0004+0.032m$	$R=0.002+0.18m$
La	1963~12732	$r=0.034m$	$R=0.11m$

表3 方法精密度(续)

成分	水平范围(m)	重复性限(r)	再现性限(R)
Ce	180~26737	$r=2.49+0.040m$	$R=0.23m$
Pr	446~2411	$r=0.047m$	$R=4.34+0.16m$
Nd	1595~8631	$r=0.065m0.9$	$R=30.6+0.091m$
Sm	285~1683	$r=0.31n0.72$	$R=0.25m0.9$
Eu	8.51~132	$r=0.47+0.052m$	$R=1.33+0.23m$
Gdb	64.2~2200	$r=8.4+0.030m$	$R=3.84m0.49$
Tb <sup>6</sup>	26.7~470	$r=2.42+0.042m$	$R=11.8+0.094m$
Dy	35.3~3200	$r=2.91+0.033m$	$R=28.0+0.036m$
Hob	3.90~560	$r=0.53m0.58$	$R=5.22+0.14m$
Er	15.0~1700	$r=0.10m$	$R=24.9+0.071m$
Tmb	0.63~270	$r=0.15+0.061m$	$R=0.95+0.19m$
Yb <sup>6</sup>	4.70~1800	$r=0.47+0.033m$	$R=3.27+0.093m$
Lu <sup>1</sup>	1.54~260	$r=0.46+0.039m$	$R=3.90+0.054m$
Yb	78.2~17000	$r=2.82+0.031m$	$R=27.5+0.078m$
注：精密度数据是依据GB/T 6379.2,由12家实验室对5个含量水平的样品,分别在重复性条件下测定4次,对数据剔除离群值后计算得到。			
质量分数以“%”表示。 质量分数以“ $\mu\text{g/g}$ ”表示。			

## 11 正确度

按GB/T 6379.4规定的方法,选择3个不同含量范围的稀土矿石国家有证标准物质,在12家实验室间进行方法正确度试验,得到的方法正确度相关数据参见附录C。

## 12 质量保证和控制

12.1 制备校准溶液应该补加和样品同量的硫酸,保持样品和校准溶液的基体尽量相近。

12.2 制备多元素混合校准溶液时注意元素间的相容性和稳定性,并对单元素标准储备溶液进行核查,以避免杂质影响校准溶液的准确度。新配制好的校准溶液转移至干净的聚丙烯瓶中保存,并定期核查其稳定性。

12.3 校准曲线的相关系数大于或等于0.999。

12.4 分析每批样品时,应同时进行空白试验、重复试样、标准物质分析,且符合DZ/T 0130的要求。

**附 录 A**  
**(资料性)**  
**仪器参考工作条件**

以某电感耦合等离子体原子发射光谱仪为例，仪器参考工作条件见表 A.1；各分析元素选用的谱线波长和主要干扰元素扣除见表 A.2。

**表 A.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪参考工作条件**

参数	设定值
ICP功率 W	1300
冷却气流量 L/min	15.0
辅助气流量 L/min	0.20
雾化气流量 L/min	0.60
样品提取量 ml/min	1.5
观测高度 mm	15
注1:雾化器类型为高盐玻璃同心雾化器。	
注2:观测方式为垂直。	

**表 A.2 各分析元素选用的谱线波长和主要干扰元素扣除**

序号	元素	波长 nm	干扰元素扣除
1	Al	396.153	
2	Mn	259.372	
3	P	213.618	Fe
4	Ti	334.940	
5	Na	589.592	
6	Fe	239.562	
7	K	766.490	
8	Ca	317.933	
9	Mg	285.213	

表 A.2 各分析元素选用的谱线波长和主要干扰元素扣除(续)

序号	元素	波长 nm	干扰元素扣除
10	Y	360.073	
11	La	379.478	Ce
12	Ce	413.380	Fe
13	Pr	414.311	Ti、La
14	Nd	406.109	La、Ce
15	Sm	442.434	Ce
16	Eu	381.967	Ti
17	Gd	335.047	Ce
18	Tb	350.917	Pr
19	Dy	353.170	Mn、Ce
20	Ho	339.898	Ce
21	Er	349.910	Ce
22	Tm	346.220	
23	Yb	328.937	
24	Lu	261.542	

**附 录 B**  
**(资料性)**  
**元素标准储备溶液的配制**

**警示——本文件并未完全指出方法所用试剂的毒性、致癌性和放射性。每个实验室都有责任维护有关法规中关于本方法所提及的化学物质安全处理规定。参与化学分析的所有人员都应有化学实验室安全常识。**

**B.1 钛标准溶液 [p(Ti)=1.000 mg/mL]**

准确称取0.5000g 海绵钛(Ti), 置于烧杯中, 加入200 mL 盐酸溶液(1+1), 加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用盐酸溶液(1+1)稀释至刻度, 摇匀。

**B.2 锰标准溶液 [p(Mn)=1.000 mg/mL]**

准确称取0.6942 g 光谱纯四氧化三锰( $Mn_3O_4$ ), 置于烧杯中, 加入50 mL 浓盐酸, 加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.3 铁标准溶液 [p(Fe)=10.000 mg/mL]**

准确称取5.0000g 高纯金属铁(Fe), 置于烧杯中, 加入100 mL 盐酸溶液(1+1), 加热至溶解。冷却后将溶液移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.4 钙标准溶液 [p(Ca)=10.000 mg/mL]**

准确称取12.4900 g 高纯碳酸钙( $CaCO_3$ ), 置于烧杯中, 加入100 mL 水, 再加入100 mL 盐酸溶液(1+1)至溶解。将溶液移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.5 镁标准溶液 [p(Mg)=10.000 mg/mL]**

准确称取8.2915g 氧化镁( $MgO$ , 800℃ 灼烧1 h), 置于烧杯中, 盖上表面皿, 沿杯壁加入100 mL 盐酸溶液(1+1)微热溶解。将溶液移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.6 铝标准溶液 [p(Al)=10.000 mg/mL]**

准确称取5.0000g 金属铝(Al, 纯度99.95%), 置于烧杯中, 盖上表面皿, 沿杯壁加入100 mL 盐酸溶液(1+1)及少量硝酸微热溶解。将溶液移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.7 钾标准溶液 [p(K)=5.000 mg/mL]**

准确称取4.7670 g 氯化钾(KCl, 预先在400℃~500℃灼烧至恒重, 无爆裂声, 冷却至室温后使用), 溶于少量水后, 加入100 mL 盐酸溶液(1+1)。将溶液移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.8 钠标准溶液 [p(Na)=5.000 mg/mL]**

准确称取5.76275 g 无水碳酸钠( $Na_2CO_3$ ), 溶于少量水后, 加入100 mL 盐酸溶液(1+1), 移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.9 镧标准溶液**[ $\rho(\text{La})=1.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取0.5865g 经850℃灼烧过的高纯三氧化二镧( $\text{La}_2\text{O}_3$ ), 置于烧杯中, 用水润湿, 加入100 mL 盐酸溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀至刻度, 摇匀。

**B.10 铈标准溶液**[ $\rho(\text{Ce})=1.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取0.6140g 经850℃灼烧过的高纯二氧化铈( $\text{CeO}_2$ ), 置于烧杯中, 加入100 mL 硝酸溶液(1+1), 并加入10 mL 过氧化氢, 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.11 镨标准溶液**[ $\rho(\text{Pr})=1.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取0.6040g 高纯氧化镨( $\text{Pr}_6\text{O}$ ) 于烧杯中, 加入150 mL 王水溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.12 钕标准溶液**[ $\rho(\text{Nd})=1.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取0.5830g 高纯三氧化二钕( $\text{Nd}_2\text{O}_3$ ), 置于烧杯中, 加入200 mL 盐酸溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.13 钐标准溶液**[ $\rho(\text{Sm})=1.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取0.5800 g 高纯三氧化二钐( $\text{Sm}_2\text{O}_3$ ), 置于烧杯中, 加入150 mL 王水溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.14 铕标准溶液**[ $\rho(\text{Eu})=1.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取0.5790g 经850℃灼烧过的光谱纯三氧化二铕( $\text{Eu}_2\text{O}_3$ ), 置于烧杯中, 加入150 mL 王水溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.15 钆标准溶液**[ $\rho(\text{Gd})=1.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取0.5765g 经850℃灼烧过的光谱纯三氧化二钆( $\text{Gd}_2\text{O}_3$ ), 置于烧杯中, 加入150 mL 王水溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀至刻度, 摇匀。

**B.16 铽标准溶液**[ $\rho(\text{Tb})=1.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取0.5880g 经850℃灼烧过的高纯氧化铽( $\text{Tb}_4\text{O}_7$ ), 置于烧杯中, 加入150 mL 王水溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.17 镝标准溶液**[ $\rho(\text{Dy})=1.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取0.5740g 经850℃灼烧过的光谱纯三氧化二镝( $\text{Dy}_2\text{O}_3$ ), 置于烧杯中, 加入150 mL 王水溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀至刻度, 摇匀。

**B.18 铈标准溶液**[ $\rho(\text{Ho})=1.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取0.5730g 经850℃灼烧过的高纯三氧化二铈( $\text{Ho}_2\text{O}_3$ ), 置于烧杯中, 加入150 mL 王水溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.19 铒标准溶液**[ $p(\text{Er})=1.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取0.5720g 经850℃灼烧过的高纯三氧化二铒( $\text{Er}_2\text{O}_3$ ), 置于烧杯中, 加入200 mL 盐酸溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.20 铥标准溶液**[ $p(\text{Tm})=1.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取0.5710g 经850℃灼烧过的光谱纯三氧化二铥( $\text{Tm}_2\text{O}_3$ ), 置于烧杯中, 加入150 mL 王水溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.21 镱标准溶液**[ $p(\text{Yb})=1.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取0.5695g 经850℃灼烧过的高纯三氧化二镱( $\text{Yb}_2\text{O}_3$ ), 置于烧杯中, 加入100 mL 盐酸溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.22 镱标准溶液**[ $p(\text{Lu})=1.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取0.5785g 经850℃灼烧过的高纯三氧化二镱( $\text{Lu}_2\text{O}_3$ ), 置于烧杯中, 加入150 mL 王水溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.23 钇标准溶液**[ $p(\text{Y})=1.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取0.6350 g 经850℃灼烧过的高纯三氧化二钇( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ), 置于烧杯中, 加入100 mL 硝酸溶液(1+1), 低温加热至溶解。冷却后移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**B.24 磷标准溶液**[ $p(\text{P})=1.000 \text{ mg/mL}$ ]

称取2.1968 g 预先经105℃干燥的高纯磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ), 置于150 mL 烧杯中, 加水溶解后, 移入500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

## 附录 C

(资料性)

## 实验室间准确度协作试验统计结果

通过准确度协作试验得到的方法与结果的准确度(正确度和精密度)统计结果见表C.1 至 表C.24。

表 C.1 稀土矿石样品中铝含量的协作试验统计结果

统计参数	水平				
	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST-1	尾砂
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12
有效实验室数(p)	11	12	12	12	12
总平均值(y) %	10.10	8.78	7.46	4.43	1.30
标准值( $\mu$ ) %	10.06	8.78	7.55		
相对误差(RE) %	0.46	0.05	-1.14	-	-
重复性标准差(s <sub>r</sub> ) %	0.078	0.117	0.076	0.043	0.026
再现性标准差(s <sub>n</sub> ) %	0.242	0.277	0.231	0.129	0.071
重复性限(r) %	0.216	0.324	0.210	0.118	0.073
再现性限(R) %	0.670	0.767	0.640	0.359	0.197
测量方法偏倚的估计值( $\delta$ ) %	0.046	0.004	-0.086	-	-
$-A \cdot s_g$ %	-0.091	-0.141	-0.212		-
$\delta + A \cdot s_g$ %	0.183	0.150	0.039		
A · s <sub>r</sub> 为测量方法偏倚的95%置信区间, A为计算估计值的不确定度系数。下同。					



表 C.2 稀土矿石样品中铁含量的协作试验统计结果

统计参数	水平				
	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST—1	尾砂
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12
有效实验室数(p)	12	12	11	12	12
总平均值(y) %	2.42	0.522	1.59	6.94	14.78
标准值( $\mu$ ) %	2.42	0.50	1.57	—	—
相对误差(RE) %	-0.19	5.05	2.31		
重复性标准差( $s_r$ ) %	0.032	0.007	0.021	0.061	0.203
再现性标准差( $s_p$ ) %	0.068	0.029	0.047	0.178	0.974
重复性限(r) %	0.090	0.018	0.059	0.168	0.563
再现性限(R) %	0.187	0.081	0.130	0.494	2.701
测量方法偏倚的估计值( $\delta$ ) %	-0.005	0.025	0.021		
$\sigma - A \cdot sR$ %	-0.0395	0.0088	-0.0056	—	—
$\delta + A \cdot s_p$ %	0.0302	0.0413	0.0479	—	—

表 C.3 稀土矿石样品中钙含量的协作试验统计结果

统计参数	水平				
	GBW07161	GBW07187	GBW07188	BST—1	尾砂
参加实验室数(p)	12	12	12	12	12
有效实验室数(p)	11	11	10	11	11
总平均值(y) %	0.02	0.09	0.21	5.74	14.92
标准值( $\mu$ ) %	0.021	0.079	0.21		
相对误差(RE) %	8.62	6.67	3.19	—	—

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/857136031116006131>