

由两名操作人员,在不同实验室内,对相同试样所作两个单次测定结果之间的差值超过再现性,20次中不多于1次。

如果两个单次测定结果之间的差值超过了相应的重复性或再现性值,则认为这两个结果是可疑的。

水平范围, %	重复性 $r$ , %	再现性 $R$ , %
85~99	0.40	0.55

8.2 由重复性  $r$  和再现性  $R$  导出其他临界差值计算公式参阅 SN 0069.1。

附加说明:

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国广东进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人李锦兴。



## 5 试样

将标准号 SN 0065.1 试样(4)经 950℃ 灼烧 1h, 置于干燥器中, 冷却至室温。

## 6 分析步骤

6.1 试料用差减法称取 0.3~0.4g 试料(5), 精确至 0.000 1g。

6.2 测定次数

分析时称取两份试料进行测定, 在符合精密度要求下, 取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 400mL 高形烧杯中, 加几滴水润湿试料, 小心加入 10mL 硝酸(4.2)和 10mL 高氯酸(4.1), 摇动, 盖上表面皿, 置于电热板上加热溶解试料, 继续加热至近干(约 1~2mL), 取下稍冷。加 10mL 盐酸(4.3), 用盐酸(4.11)淋洗表面皿和烧杯壁, 加数滴过氧化氢(4.4), 加热煮沸 1min, 取下稍冷, 趁热用慢速滤纸过滤, 用 300mL 烧杯承接滤液, 以热的盐酸(4.11)洗烧杯和表面皿共 6 次, 滤纸 4 次。保留滤液 A, 弃去不溶残渣。

6.4.2 将滤液 A 用水稀释至约 100mL, 加热近沸, 在不断搅拌下, 滴加氨水(4.6)至刚出现沉淀不消失, 再加入 10mL 动物胶, 在不断搅拌下, 继续滴加氨水(4.6)15mL (pH≥9.2) 用 pH 试纸试之。加热至沸, 取下放置稍冷, 趁温热下用慢速定量滤纸过滤, 用温热的氨-氯化铵洗液(4.7)洗烧杯 4 次, 沉淀 5 次。保留沉淀 B, 弃去滤液。

6.4.3 将沉淀 B 放回原烧杯中, 加约 100mL 水, 捣碎滤纸, 煮沸, 加 50mL 近沸的草酸溶液(4.8), 用一小片滤纸擦洗烧杯上附着的白色沉淀, 充分搅拌 1min, 放置 15min, 加入数滴甲酚红指示剂(4.10), 用氨水(4.12)调节溶液至橙红色(pH1.6~1.7), 放置过夜。

6.4.4 用慢速定量滤纸过滤, 以草酸洗液(4.9)洗烧杯 3~5 次, 用滤纸片擦净烧杯, 将沉淀全部转移到滤纸上, 洗涤沉淀 7~8 次。将沉淀放入已恒重的铂坩埚中, 置于电炉上小心烘干灰化, 移入高温炉内, 从低温升至 950℃, 保持灼烧 1h, 取出稍冷, 移入干燥器中冷却 30min, 称重。如此反复灼烧至恒重。

## 7 分析结果的计算和表达

稀土氧化物总量的百分含量按式(1)计算:

$$\text{TREO}_{\text{灼烧}}(\%) = \frac{m_1 - m_2 - m_3}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中:  $m_1$ ——稀土氧化物和坩埚的总质量, g;

$m_2$ ——空坩埚的质量, g;

$m_3$ ——空白的质量, g;

$m$ ——试料的质量, g。

所得结果应表示至二位小数。

当合同规格已定水分时, 按式(2)换算为烘干后的 TREO。

$$\text{TREO}_{\text{烘干}}(\%) = \text{TREO}_{\text{灼烧}} \times [1 - \text{灼减量}(\%)] \quad (2)$$

当合同规格未定水分时, 按式(3)换算为实际的 TREO。

$$\text{TREO}_{\text{实际}}(\%) = \text{TREO}_{\text{灼烧}} \times [1 - \text{灼减量}(\%) - \text{水分}(\%)] \quad (3)$$

## 8 精密度

8.1 由同一操作人员, 在同一实验室内, 使用同一仪器, 并在短期内, 对相同试样所作两个单次测定结

果之间的差值超过重复性,20次中不多于1次。

由两名操作人员,在不同实验室内,对相同试样所作两个单次测定结果之间的差值超过再现性,20次中不多于1次。

如果两个单次测定结果之间的差值超过了相应的重复性或再现性值,则认为这两个结果是可疑的。

水平范围, %	重复性 $r$ , %	再现性 $R$ , %
85~99	0.40	0.55

8.2 由重复性  $r$  和再现性  $R$  导出其他临界差值计算公式参阅 SN 0065.1。

**附加说明:**

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国广东进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人李锦兴。

# www.bzxz.net

免费标准下载网