



中华人民共和国国家标准

GB/T 16477.1—2010
代替 GB/T 16477.1—1996

GB/T 16477.1—2010

稀土硅铁合金及镁硅铁合金 化学分析方法 第 1 部分：稀土总量的测定

Chemical analysis methods of rare earth ferrosilicon alloy and
rare earth ferrosilicon magnesium alloy—
Part 1: Determination of total rare earth content

中华人民共和国
国家标准
稀土硅铁合金及镁硅铁合金
化学分析方法
第 1 部分：稀土总量的测定
GB/T 16477.1—2010

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045
网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 19 千字
2011 年 7 月第一版 2011 年 7 月第一次印刷

*
书号：155066·1-42496 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 16477.1—2010

2011-01-14 发布

2011-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 16477《稀土硅铁合金及镁硅铁合金化学分析方法》共分 5 个部分：

- 第 1 部分：稀土总量的测定；
- 第 2 部分：钙、镁、锰量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 3 部分：氧化镁量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 4 部分：硅量的测定；
- 第 5 部分：钛量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为第 1 部分。

本部分是对 GB/T 16477.1—1996《稀土硅铁合金及镁硅铁合金化学分析方法 稀土总量测定》的修订。

本部分与 GB/T 16477.1—1996 相比，主要有如下变动：

- 使用电感耦合等离子体发射光谱法代替三溴偶氮胂分光光度法测定稀土总量，测定范围由 0.20%~6.00% 调整为 0.50%~6.00%；
- 使用 EDTA 滴定法代替原草酸盐重量法测定稀土总量；
- 增加了精密度条款；
- 增加了质量保证和控制条款。

本部分两个方法的分析范围出现重叠时，以方法 1 作为仲裁分析方法。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分由包头稀土研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法 1 由包头稀土研究院起草。

本部分方法 1 由中国兵器工业集团第五二研究所、包头出入境检验检疫局参加起草。

本部分方法 1 主要起草人：崔爱端、李玉梅。

本部分方法 1 参加起草人：田小亭、王玥、孟传金、旭仁花、纪元。

本部分方法 2 由包头稀土研究院起草。

本部分方法 2 由中国兵器工业集团第五二研究所、包头出入境检验检疫局参加起草。

本部分方法 2 主要起草人：郝茜、周凯红。

本部分方法 2 参加起草人：段东升、王玥、田小亭、孟传金、旭仁花、杨春艳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 16477.1—1996。

14.2 测定数量

称取两份试料(14.1)进行平行测定,取其平均值。

14.3 测定

14.3.1 将试料(14.1)置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加 10 mL 硝酸(12.2),12 mL~14 mL 氢氟酸(12.3),1 mL 过氧化氢(12.5),使试样溶解完全后,加 20 mL~30 mL 水,使总体积为 50 mL,充分搅拌 1 min,静置 15 min,用慢速滤纸包角过滤,用混酸洗液(12.8)洗烧杯 3 次,洗沉淀 7~8 次。

14.3.2 将沉淀连同滤纸移入 300 mL 烧杯中,加 15 mL 硝酸(12.2),5 mL 高氯酸(12.4),置于电炉上加热破坏滤纸并溶解沉淀,蒸发至冒浓烟,并浓缩至体积约 2 mL,取下冷却,加 2 mL 盐酸(12.6),30 mL 水,加热煮沸,取下冷却。

14.3.3 加入 2 滴溴甲酚绿指示剂(12.11),用六次甲基四胺溶液(12.9)调至溶液由黄色变为微绿色并过量 1~2 滴,再加热煮沸 1 min~2 min,使溶液由绿色变微蓝色,流水冷却至室温,加入 0.5 g 抗坏血酸(12.1),摇匀,加 10 mL 乙酰丙酮溶液(12.10),5 mL 六次甲基四胺溶液(12.9),混匀,滴入 1 滴二甲酚橙指示剂溶液(12.12),用 EDTA 标准滴定溶液(12.14)滴定至溶液由红紫色变为黄绿色即为终点。

15 分析结果的计算与表述

按式(3)计算稀土的质量分数(%):

$$w(\text{RE}) = \frac{cVM \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$M = \sum (\rho_i \times k_i) \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

c ——EDTA 标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——试料中稀土元素相对比例相一致的混合稀土金属的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol),按式(4)计算;

m ——试料的质量,单位为克(g);

ρ_i ——各稀土金属在试料所含相应混合稀土金属总量中所占的质量分数(%);

k_i ——各稀土元素的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

16 精密度

16.1 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,在以下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 8 数据采用线性内插法求得。

表 8

稀土总量(质量分数)/%	重复性限(<i>r</i>)
5.36	0.08
25.54	0.20
注:重复性限(<i>r</i>)为 2.8× <i>S_r</i> , <i>S_r</i> 为重复性标准差。	

稀土硅铁合金及镁硅铁合金
化学分析方法
第 1 部分:稀土总量的测定

方法 1 电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

GB/T 16477 的本部分方法 1 规定了稀土硅铁合金及镁硅铁合金中稀土总量的测定方法。
本部分方法 1 适用于稀土硅铁合金及镁硅铁合金中稀土总量的测定。测定范围:0.50%~6.00%。

2 原理

试料经硝酸和氢氟酸分解,高氯酸冒烟驱氟,在稀盐酸介质中,直接以氩等离子体光源激发,进行光谱测定。

3 试剂与材料

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

3.3 高氯酸(ρ 1.66 g/mL)。

3.4 过氧化氢(30%)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 硝酸(1+1)。

3.7 镧标准贮存溶液:称取 0.117 3 g 预先在 900 °C 灼烧 1 h 并在干燥器中冷却至室温的氧化镧(REO>99.5%,La₂O₃/REO>99.99%)于 150 mL 烧杯中,加少量水湿润,加入 10 mL 盐酸(3.5)溶解,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 镧。

3.8 铈标准贮存溶液:称取 0.122 8 g 预先在 900 °C 灼烧 1 h 并在干燥器中冷却至室温的氧化铈(REO>99.5%,CeO₂/REO>99.99%)于 150 mL 烧杯中,加少量水湿润,加入 10 mL 硝酸(3.6),滴加过氧化氢(3.4),加热至溶解,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 铈。

3.9 镨标准贮存溶液:称取 0.120 8 g 预先在 900 °C 灼烧 1 h 并在干燥器中冷却至室温的氧化镨(REO>99.5%,Pr₆O₁₁/REO>99.99%)于 150 mL 烧杯中,加少量水湿润,加入 10 mL 盐酸(3.5)溶解,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 镨。

3.10 铈标准贮存溶液:称取 0.116 6 g 预先在 900 °C 灼烧 1 h 并在干燥器中冷却至室温的氧化铈(REO>99.5%,Nd₂O₃/REO>99.99%)于 150 mL 烧杯中,加少量水湿润,加入 10 mL 盐酸(3.5)溶解,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 铈。