



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 29656—2013

GB/T 29656—2013

## 镨钕镝合金化学分析方法

Chemical analysis methods for praseodymium neodymium dysprosium alloy

中华人民共和国  
国家标准  
镨钕镝合金化学分析方法  
GB/T 29656—2013

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

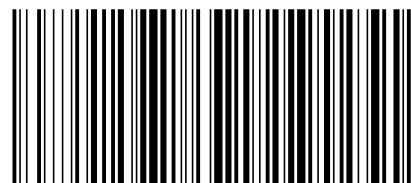
\*

开本 880×1230 1/16 印张 2.25 字数 60 千字  
2013年11月第一版 2013年11月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-47724 定价 33.00 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)68510107



GB/T 29656-2013

2013-09-06 发布

2014-05-01 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

10.6 分析步骤

10.6.1 试料

按表 29 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 29

氯质量分数/%	试料量/g	溶液总体积/mL	分取体积/mL	补加硝酸(10.3.2)体积/mL
0.005 0~0.020	2	50	10.00	—
>0.020~0.080	1	50	5.00	1
>0.080~0.20	0.5	100	5.00	2

10.6.2 测定数量

称取两份试料(10.6.1)进行平行测定,取其平均值。

10.6.3 空白试验

随同试样做空白试验。

10.6.4 测定

10.6.4.1 将试料(10.6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(10.3.3)低温加热至溶解完全。按表 29 移入相应的容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

10.6.4.2 移取两份试液(10.6.4.1)于 25 mL 比色管中,按表 29 补加硝酸(10.3.2),加入 2 mL 丙三醇(10.3.5),其中一份用二次去离子交换水(10.3.6)稀释至刻度,混匀,此溶液为补偿溶液;另一份加入 2 mL 硝酸银(10.3.4),每加一种试剂需轻轻缓慢混匀,用二次去离子交换水(10.3.6)稀释至刻度,混匀。将比色管放入 60 °C~80 °C 的水浴中保温 15 min 后冷却至室温。

10.6.4.3 将部分试液(10.6.4.2)移入 3 cm 比色皿中,用补偿溶液(10.6.4.2)作参比,于分光光度计波长 430 nm 处,测量其吸光度。在工作曲线上查出溶液(10.6.4.2)的氯量。

10.6.4.4 工作曲线的绘制

10.6.4.4.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 氯标准溶液(10.3.8)于 6 个 25 mL 比色管中,分别加入 2 mL 硝酸(10.3.2),以下操作按(10.6.4.2)相应步骤进行。

10.6.4.4.2 移取部分试液(10.6.4.4.1)于 3 cm 比色皿中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长 430 nm 处测量其吸光度,以氯浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

10.7 分析结果的计算与表述

按式(10)计算待测元素的百分含量  $w(\%)$ ：

$$w = \frac{(m_2 - m_1)V_0 \times 10^{-6}}{m_0 V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中：

$m_2$ ——在工作曲线上查得的溶液(10.6.4.2)的氯量,单位为微克( $\mu\text{g}$ )；

$m_1$ ——在工作曲线上查得的空白溶液的氯量,单位为微克( $\mu\text{g}$ )；

$V_0$ ——试液总体积,单位为毫升(mL)；

目次

前言 ..... III

1 范围 ..... 1

2 总则 ..... 1

3 稀土总量的测定——重量法 ..... 1

4 镨、钕、镝量的测定——电感耦合等离子体原子发射光谱法 ..... 3

5 15 个稀土元素配分量的测定——X 射线荧光光谱法 ..... 6

6 稀土杂质的测定——电感耦合等离子体原子发射光谱法〔(镧、铈、钇、铈、钆、铽、铈、铪、铟、镱、镱和铟量)(方法一)]和电感耦合等离子体质谱法〔(镧、铈、钇、铈、钆、铽、铈、铪、铟、镱、镱和铟量)(方法二)] ..... 11

7 非稀土杂质(铁、硅、铝、钙、镁)的测定——电感耦合等离子体原子发射光谱法 ..... 19

8 碳量的测定——高频-红外吸收法 ..... 23

9 氧量的测定——脉冲-红外吸收法 ..... 25

10 氯量的测定——硝酸银比浊法 ..... 27

#### 9.6.4 校正空白

9.6.4.1 打开脉冲炉,将坩埚(9.3.4)置于下电极,测氧时,将带盖镍囊(9.3.1)置于装样器内。

9.6.4.2 下电极上升,坩埚(9.3.4)脱气,加热熔融,显示空白值,重复测定 3~5 次,其氧结果的平均空白值 $<0.0025\%$ ,方可进行下步测定。

#### 9.6.5 校正仪器

称取标准样品(9.3.5)三份,按(9.6.6)条操作方法校正仪器。

#### 9.6.6 测定

9.6.6.1 打开脉冲炉,将坩埚(9.3.4)置于下电极,测氧时,将带盖镍囊(9.3.1)置于装样器内。

9.6.6.2 下电极上升,坩埚(9.3.4)脱气,测氧时,装有试料的带盖镍囊进入石墨坩埚(9.3.4)加热熔融。由仪器显示分析结果(如仪器不能自动显示分析结果按 9.7 进行结果计算)。

#### 9.7 分析结果的计算与表述

按式(9)计算待测元素的质量分数  $w(\%)$ ：

$$w = w_2 - aw_1 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中：

$w_2$ ——测定后的氧的质量分数，%；

$a$  ——带盖镍囊与实际称样量的比值；

$w_1$ ——空白试验氧的质量分数，%。

#### 9.8 精密度

##### 9.8.1 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 27 数据采用线性内插法求得。

表 27

氧量质量分数/%	重复性限( $r$ )/%
0.071 1	0.009 8
0.313	0.039
注：重复性限( $r$ )为 $2.8 \times S_r$ , $S_r$ 为重复性标准差。	

##### 9.8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 28 所列允许差。

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国稀土标准化委员会(SAC/TC 229)归口。

本标准负责起草单位：包头稀土研究院、国家稀土产品质量监督检验中心。

本标准参加起草单位：赣州虔东稀土集团股份有限公司、北京有色金属研究总院、赣州有色冶金研究所、北京钢研纳克检测技术有限公司。

本标准主要起草人：周凯红、赵长玉、赵静、高励珍、于勇海、王安丽、崔爱端、姚南红、温斌、刘竹英、杜梅、王东杰、刘鹏宇、刘兵、邵荣珍、李玉梅、张术杰、吴文琪、蒋天怡、杨萍、陈云红。