

ICS 77.120.99
H 14



中华人民共和国国家标准

GB/T 29916—2013

GB/T 29916—2013

镧镁合金化学分析方法

Chemical analysis methods for lanthanum magnesium alloy

中华人民共和国
国家标准
镧镁合金化学分析方法
GB/T 29916—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
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

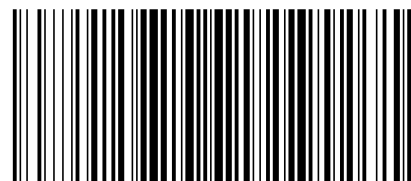
*

开本 880×1230 1/16 印张 1.75 字数 44 千字
2014年3月第一版 2014年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-48240 定价 27.00 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 29916-2013

2013-11-27 发布

2014-08-01 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

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \times 10^{-6}}{mV} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得分析试液(7.6.4.2.1)中待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——自工作曲线上查得空白溶液(7.6.4.2.2)中待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m ——试料的质量,单位为克(g);

V ——分析试液体积,单位为毫升(mL)。

7.8 精密度

7.8.1 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18数据采用线性内插法求得。

表 18

元素	质量分数/%	重复性限(r)/%	元素	质量分数/%	重复性限(r)/%
Al	0.006 4	0.000 8	Fe	0.005 9	0.001 0
	0.010	0.001		0.010	0.001
	0.022	0.002		0.023	0.003
	0.33	0.02		0.068	0.006
	0.51	0.03		0.098	0.007
				0.20	0.02
Ca	0.006 0	0.000 8	Ni	0.50	0.03
	0.010	0.000 3		0.006 7	0.000 8
	0.37	0.02		0.011	0.001
	0.57	0.02		0.25	0.03
Cu			Si	0.46	0.04
	0.006 3	0.000 7		0.005 6	0.000 5
	0.010	0.001		0.010	0.002
	0.30	0.02		0.026	0.005
	0.46	0.03		0.060	0.008
				0.20	0.03
		0.49	0.04		

注:重复性限(r)为 $2.8 \times Sr$, Sr 为重复性标准差。

7.8.2 允许差

实验之间分析结果的差值应不大于表19所列的允许差。

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 镁量的测定 EDTA 容量法 4

5 碳量的测定 高频-红外吸收法 6

6 稀土杂质的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法(方法1)和电感耦合等离子体质谱法(方法2) 8

7 非稀土杂质的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法 17

7.2 原理

试料用硝酸溶解后,进行氩等离子光谱法测定;采用准基体匹配法校正基体影响。

7.3 试剂和材料

7.3.1 氢氧化钠。

7.3.2 硝酸(1+1)。

7.3.3 盐酸(1+1)。

7.3.4 硫酸(1+1)。

7.3.5 铝标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 金属铝($w \geq 99.99\%$)于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,加入 3 g 氢氧化钠(7.3.1),待其溶解完全后用盐酸(7.3.3)慢慢中和至出现沉淀,并过量 20 mL,加热使其溶解并不断搅拌,冷却后将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铝。

7.3.6 钙标准贮存溶液:称取 2.497 1 g 经 110 °C 烘干的无水碳酸钙($w \geq 99.99\%$)于 200 mL 烧杯中,加 40 mL 盐酸(7.3.3)溶解,煮沸以除尽二氧化碳。冷却至室温,溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钙。

7.3.7 铜标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 金属铜($w \geq 99.99\%$),加入 20 mL 硝酸(7.3.2),低温加热溶解并蒸发至近干,再加入 10 mL 硫酸(7.3.4),小心继续蒸发至冒白烟,冷却后加水浸取,待盐类全部溶解,冷却后将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

7.3.8 铁标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 铁($w \geq 99.99\%$)于 150 mL 烧杯中,加 30 mL 盐酸(7.3.3),低温加热至完全溶解,冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。

7.3.9 镍标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 金属镍($w \geq 99.99\%$)于烧杯中,加入 15 mL 硝酸(7.3.2),在水浴上加热溶解,然后加入 2 mL 硫酸(7.3.4),继续加热蒸干直至硫酸白烟冒尽,取下冷却,加入 150 mL 水和 5 mL 硫酸(7.3.4)浸出,加热使盐类溶解,冷却后将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

7.3.10 硅标准贮存溶液:称取 2.139 4 g 二氧化硅($w \geq 99.99\%$)于铂坩埚中,加入 10 g 碳酸钠-碳酸钾混合熔剂(1+1),混匀,在喷灯上熔融至清亮,再灼烧 10 min。冷却后用热水浸取,加热至溶液澄清,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 硅。

7.3.11 混合标准溶液:分别移取铝标准贮存溶液(7.3.5)、钙标准贮存溶液(7.3.6)、铜标准贮存溶液(7.3.7)、铁标准贮存溶液(7.3.8)、镍标准贮存溶液(7.3.9)和硅标准贮存溶液(7.3.10)各 10 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(7.3.2)以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含以上元素各 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

7.3.12 镧基体贮存溶液:称取 7.329 8 g 氧化镧[$w(\text{REO}) > 99.5\%$, $w(\text{La}_2\text{O}_3/\text{REO}) > 99.99\%$]置于 200 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(7.3.2),加热溶解至清,冷却后移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 25 mg 镧。

7.3.13 镁基体贮存溶液:称取 6.250 0 g 镁($w \geq 99.99\%$)于 300 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,分次加入 100 mL 硝酸(7.3.2),加热溶解至清,冷却后移入 50 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 25 mg 镁。

7.3.14 氩气(纯度 $\geq 99.99\%$)。

7.4 仪器

7.4.1 电感耦合等离子体光谱仪,分辨率 $< 0.006 \text{ nm}$ (200 nm 处)。

7.4.2 光源:氩等离子体光源。

7.5 试样

将块状试样去掉表面氧化层,处理成屑状,取样后立即称量。

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技术委员会(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:北京有色金属研究总院、赣州有色冶金研究所、湖南稀土金属材料研究院、包头出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:周凯红、龙旭东、郝茜、高励珍、金斯琴高娃、于亚辉、崔爱端、刘荣丽、崔益新、蒋天怡、赵长玉、袁利兵、刘鸿、黎英、钟道国、张立锋、张秀艳、张翼明、刘鹏宇、邵荣珍、刘兵。