

钆铁合金化学分析方法 第 2 部分：稀土杂质含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Chemical analysis methods of gadolinium ferroalloy—
Part 2: Determination of rare earth impurity contents—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

中华人民共和国稀土
行业标准
钆铁合金化学分析方法
第 2 部分：稀土杂质含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
XB/T 616.2—2012

*
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 0.75 字数 12 千字
2013 年 2 月第一版 2013 年 2 月第一次印刷

*
书号: 155066·2-24492 定价 16.00 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



XB/T 616.2—2012

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

9 质量保证和控制

每周用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时,应首先使用)校核一次本标准分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

XB/T 616—2012《钕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 重量法;
- 第 2 部分:稀土杂质含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 3 部分:钙、镁、铝、锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 4 部分:铁量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 5 部分:硅量的测定 硅钼蓝分光光度法。

本部分为 XB/T 616 的第 2 部分。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分负责起草单位:赣州有色冶金研究所。

本部分参加起草单位:赣州虔东稀土集团股份有限公司、包头稀土研究院、赣县红金稀土有限公司、湖南稀土金属材料研究所、江苏天瑞仪器股份有限公司。

本部分主要起草人:黎英、刘鸿、钟道国、李玉梅、温斌、刘荣丽、艾明、梁斌、张翼明、姚南红、刘钧洲、成国庆、郑建明。

表 2 (续)

标液标号	各元素质量浓度/(μg/mL)							
	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	Y
3	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
4	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
5	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00

6.6 测定

6.6.1 推荐分析线见表 3。

表 3

元素	分析线/nm	元素	分析线/nm
La	408.671 412.623	Dy	353.170
Ce	418.660 446.02	Ho	345.600
Pr	414.311 410.072	Er	337.271 326.941
Nd	401.225	Tm	313.126
Sm	442.434 363.427	Yb	289.138
Eu	381.965	Lu	261.542
Tb	384.875 350.914 367.635	Y	371.029

6.6.2 将分析试液(6.4)、空白试液(6.3)与标准系列溶液(6.5)同时进行氩等离子体光谱测定。

7 分析结果的计算与表述

将标准系列溶液(6.5)的各稀土元素的质量浓度直接输入计算机,根据标准系列溶液(6.5)和分析试液(6.4)的强度值,由计算机计算、校正并输出分析试液(6.4)中被测稀土元素的质量浓度。

按式(1)计算待测稀土元素的质量分数(%):

$$w(X) = \frac{(\rho - \rho_0)V_0V_2 \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- ρ ——自工作曲线上查得被测稀土元素的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- ρ₀ ——自工作曲线上查得被测稀土元素空白的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V₀ ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- V₂ ——分析试液体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量,单位为克(g);
- V₁ ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

8 精密度

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

钕铁合金化学分析方法 第 2 部分:稀土杂质含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本部分规定了钕铁合金中镧、铈、镨、钆、钇、铈、镉、铟、铪、铊、铋、镱、镱、镱、镱量的测定方法。

本部分适用于钕铁合金中镧、铈、镨、钆、钇、铈、镉、铟、铪、铊、铋、镱、镱、镱、镱量的测定。测定范围见表 1。

表 1

元素	质量分数/ %	元素	质量分数/ %
La	0.010~0.500	Dy	0.010~0.500
Ce	0.010~0.500	Ho	0.010~0.500
Pr	0.010~0.500	Er	0.010~0.500
Nd	0.010~0.500	Tm	0.010~0.500
Sm	0.010~0.500	Yb	0.010~0.500
Eu	0.010~0.500	Lu	0.010~0.500
Tb	0.010~0.500	Y	0.010~0.500

2 方法原理

试样以盐酸溶解,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,以基体匹配法校正基体对测定的影响。

3 试剂和材料

- 3.1 过氧化氢(30%)。
- 3.2 盐酸(1+1)。
- 3.3 硝酸(1+1)。
- 3.4 盐酸(1+19)。
- 3.5 钕标准贮存溶液:称取 3.457 9 g 经 900℃灼烧 1 h 的氧化钕[w(REO)>99.5%,w(Gd₂O₃/REO)>99.99%]置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(3.2),低温加热至溶解完全,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 30 mg 钕。
- 3.6 铁标准贮存溶液:称取 1.429 7 g 经 100℃烘干 1 h 的三氧化二铁(w>99.99%)置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(3.2),低温加热至溶解完全,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 10 mg 铁。
- 3.7 镧标准贮存溶液:称取 0.117 3 g 经 950℃灼烧 1 h 的氧化镧[w(REO)>99.5%,w(La₂O₃/