



中华人民共和国国家标准

GB/T 26416.1—2010

镝铁合金化学分析方法 第 1 部分：稀土总量的测定 重量法

Chemical analysis methods of dysprosium ferroalloy—
Part 1: Determination of total rare earth contents—
Gravimetry

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 26416《铈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 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 3 部分：钙、镁、铝、硅、镍、钼、钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 4 部分：铁量的测定 重铬酸钾容量法；
- 第 5 部分：氧量的测定 脉冲-红外吸收法。

本部分为第 1 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。

本部分由包头稀土研究院起草。

本部分由赣州虔东稀土集团股份有限公司、内蒙古包钢稀土(集团)高科技股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人：高励珍、张立峰、崔爱端。

本部分参加起草人：姚南红、陈婕、王新萍、张桂梅、吴广伟。

镉铁合金化学分析方法

第1部分：稀土总量的测定

重量法

1 范围

GB/T 26416 的本部分规定了镉铁合金中稀土总量的测定方法。

本部分适用于镉铁合金中稀土总量的测定。测定范围：70.00%~90.00%。

2 方法原理

试料用盐酸溶解，加入过氧化氢氧化二价铁，在 pH1.5~2.0 条件下，用草酸沉淀稀土分离铁，沉淀经高温灼烧后生成稀土氧化物，冷却后称量测定稀土总量。

3 试剂和材料

- 3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.2 草酸溶液(100 g/L)。
- 3.3 过氧化氢(30%)。
- 3.4 草酸洗液(2 g/L)。
- 3.5 氨水(1+1)。
- 3.6 盐酸(1+1)。
- 3.7 间甲酚紫指示剂(1 g/L 乙醇溶液)。
- 3.8 精密 pH 试纸(0.5~5.0)。

4 仪器

- 4.1 分析天平(感量 0.1 mg)。
- 4.2 高温炉(>950 °C)。
- 4.3 铂坩埚。

5 试样

将试料去掉表面氧化层，取样后立即称量。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 5 g 试样(5)，精确至 0.000 1 g。

6.2 测定数量

称取两份试料(6.1)进行平行测定，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料(6.1)做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 试料的溶解:将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中,加 30 mL 盐酸(3.1),2 滴过氧化氢(3.3)助溶,盖上表面皿加热至试料完全溶解,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 分取 10 mL 试液(6.4.1)于 300 mL 烧杯中(如果溶液不清,可干过滤后分取),用水稀释至约 150 mL,加热至沸,加入 1 mL 过氧化氢(3.3),在不断搅拌下加入 15 mL 近沸的草酸溶液(3.2),加入 4 滴间甲酚紫指示剂(3.7),用氨水(3.5)和盐酸(3.6)调节 pH1.5~2.0(用精密试纸检验),于 80 °C~90 °C 保温 40 min,冷却至室温放置 2 h。

6.4.3 用慢速定量滤纸过滤,用草酸洗液(3.4)洗烧杯 3~5 次,用滤纸片擦净烧杯,将沉淀全部转移至滤纸上,洗涤沉淀 12~15 次,滤纸和沉淀置于已恒重的铂坩埚中,烘干,灰化,于 950 °C 高温炉中灼烧 40 min,取出,置于干燥器中冷却至室温,称重,重复此操作,直至恒重。

7 分析结果的计算与表述

按式(1)计算稀土总量的质量分数(%):

$$w(\text{RE}) = \frac{(m_2 - m_1 - m_0)V \times 0.8713}{mV_1} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_2 ——稀土氧化物质量与铂坩埚的质量,单位为克(g);

m_1 ——空坩埚的质量,单位为克(g);

m_0 ——空白的质量,单位为克(g);

m ——试料的质量,单位为克(g);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL);

0.8713——氧化镨换算成铈的换算系数;

V_1 ——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 1 数据采用线性内插法求得。

表 1

稀土总量质量分数/%	重复性限(r)/%
72.88	0.37
80.06	0.34
86.73	0.36

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

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

稀土总量质量分数/%	允许差/%
70.00~80.00	0.50
>80.00~90.00	0.60

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。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
镉铁合金化学分析方法
第 1 部分：稀土总量的测定
重量法

GB/T 26416.1—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 0.5 字数 7 千字
2011 年 6 月第一版 2011 年 6 月第一次印刷

*

书号：155066·1-42525 定价 14.00 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 26416.1-2010

打印日期：2011年7月5日 F008A00