



中华人民共和国国家标准

GB/T 26416.3—2022

代替 GB/T 26416.3—2010

稀土铁合金化学分析方法 第3部分：钙、镁、铝、镍、锰量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Chemical analysis methods for rare earth ferroalloy—
Part 3: Determination of calcium, magnesium, aluminium, nickel and
manganese contents—Inductively coupled plasma emission spectrometry

2022-12-30 发布

2023-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 26416《稀土铁合金化学分析方法》的第 3 部分。GB/T 26416 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：稀土总量的测定；
- 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、镍、锰量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 4 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 5 部分：氧含量的测定 脉冲-红外吸收法。

本文件代替 GB/T 26416.3—2010《镧铁合金化学分析方法 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》，与 GB/T 26416.3—2010 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了适用范围，将钙、镁和镍含量的测定范围由 0.005 0%~0.050% 更改为 0.005 0%~0.25%；铝含量的测定范围由 0.020%~0.10% 更改为 0.005 0%~0.25%（见第 1 章，2010 年版的第 1 章）；
- b) 增加了镧铁合金、铈铁合金、钆铁合金、铽铁合金、铈铁合金和镧铈铁合金分析试液的制备、系列标准溶液的制备（见 8.4、8.5）；
- c) 更改了部分分析谱线波长（见 8.6.1，2010 年版的 6.6.1）；
- d) 更改了“精密度”，并将“允许差”更改为“再现性”（见第 10 章，2010 年版的第 8 章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)提出并归口。

本文件起草单位：赣州有色冶金研究所有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、福建省长汀金龙稀土有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、四川江铜稀土有限责任公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、包头华美稀土高科有限公司、淄博加华新材料资源有限公司。

本文件主要起草人：刘鸿、谢璐、张文星、黎英、马艳芳、熊晓燕、陈涛、王金凤、邓楠、王春水、郝慧芳、罗盈盈、曾雪花、王津、都业俭、康亚先、王森、张征莲。

本文件于 2010 年首次发布，本次为第一次修订。

引 言

本文件所指稀土铁合金为铁与一种或多种稀土元素组成的中间合金,一般采用熔盐电解法或熔配法制得,主要作为添加剂用于钕铁硼永磁材料、磁致伸缩材料、光磁记录材料等磁性材料或作为脱氧剂、添加剂等用于钢铁冶炼。化学成分是稀土铁合金的重要考核指标。本系列标准 GB/T 26416《稀土铁合金化学分析方法》整合了行业标准 XB/T 616—2012《钕铁合金化学分析方法》、XB/T 621—2016《钕铁合金化学分析方法》、XB/T 623—2018《钕铁合金化学分析方法》、XB/T 624—2018《钕铁合金化学分析方法》,建立针对目前所有实现规模化生产的稀土铁合金(包括镧铁、钕铁、镧钕铁、钕铁、镨铁、钕铁、钕铁和钕铁等)生产、应用中需要考核的指标的化学分析方法标准,包括稀土总量、稀土杂质含量、非稀土杂质含量的检测等。根据检测对象和检测手段的不同以及基体的差异等,GB/T 26416 拟由 9 个部分构成:

- 第 1 部分:稀土总量的测定;
- 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、镍、锰量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;
- 第 4 部分:铁量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 5 部分:氧含量的测定 脉冲-红外吸收法;
- 第 6 部分:钨、钨、钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;
- 第 7 部分:碳、硫量的测定 高频-红外吸收法;
- 第 8 部分:硅量的测定 光度法;
- 第 9 部分:磷量的测定 钼磷钼蓝分光光度法。

上述各个部分标准通过明确适用范围、规范试剂、材料、试验设备和步骤,并经过多家实验室反复多次的试验和验证给出精密度数据,增强了不同试验室间数据的一致性和可比性,为稀土铁合金的品质核查建立严谨、规范的标准化工作基础。

本次对 GB/T 26416.3 的修订采用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES),通过基体近似匹配的方式,实现对稀土铁合金中钙、镁、铝、镍、锰含量的测定。本次修订充分考虑了称样量、样品分解盐酸和硝酸用量、谱线选择、共存离子干扰、基体浓度和基体变化对测定的影响,开展了比对试验,同时兼顾了各种能力实验室的使用需求,具有准确、简单、快速、成本低的特点。本文件精密度数据是在 2020 年由 7 家实验室对 7 种稀土铁合金中各杂质元素含量的 5 个不同水平样品进行共同试验确定的,每个实验室对 7 种稀土铁合金中各杂质元素含量的每个水平在重复性条件下独立测定 11 次,共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析。

稀土铁合金化学分析方法

第3部分：钙、镁、铝、镍、锰量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本文件规定了稀土铁合金(镧铁合金、铈铁合金、钆铁合金、镨铁合金、钕铁合金、钷铁合金、铽铁合金、镱铁合金、镱铈铁合金)中钙、镁、铝、镍、锰含量的测定方法。

本文件适用于稀土铁合金(镧铁合金、铈铁合金、钆铁合金、镨铁合金、钕铁合金、钷铁合金、铽铁合金、镱铁合金、镱铈铁合金)中钙、镁、铝、镍、锰含量的测定。测定范围(质量分数):0.005 0%~0.25%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

试料经盐酸和硝酸分解,在稀盐酸或稀硝酸介质中,以近似基体匹配法校正基体对测定的影响,直接以氩等离子体光源激发,用标准曲线法进行光谱测定。

5 试剂或材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯及以上试剂和符合实验室 GB/T 6682 规定的二级水及以上蒸馏水或去离子水或相当纯度的水,液体试剂均保存于塑料瓶中。优先使用有证标准溶液。

5.1 过氧化氢(30%)。

5.2 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

5.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

5.4 盐酸(1+1)。

5.5 硝酸(1+1)。

5.6 钙标准贮存溶液:称取 0.249 7 g 经 105 °C 干燥至恒重的碳酸钙[$w(\text{CaCO}_3)\geq 99.99\%$]置于 100 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 10 mL 盐酸(5.4)低温加热至溶解,取下冷却至室温,移入 100 mL