XB

中华人民共和国工业和信息化部发布

××××-××-××实施

××××-××-××发布

铈铁合金化学分析方法

第2部分：铝、硅、镍量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Chemical analysis method for cerium ferroalloy

Part2：Determination of aluminum,silicon and nickel contents by Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(送审稿)

**XB/T XXX.2—201X**

中华人民共和国稀土行业标准

前  言

XB/TXXX-201X《铈铁合金化学分析方法》共分为2个部分：

——第1部分：铈铁合金化学分析方法 稀土杂质量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第2部分：铈铁合金化学分析方法 铝、硅、镍量的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分XB/TXXX.2-201X为第2部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）归口。

本部分主要起草单位：包头稀土研究院。

本部分参加起草单位：国标（北京）检验认证有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、包头华美稀土高科有限公司、广东省工业分析检测中心、四川江铜稀土有限责任公司、内蒙古稀奥科贮氢合金有限公司。

本部分主要起草人：张秀艳、常诚、赵静。

本部分参加起草人：鲍叶琳、温斌、李靖、熊晓燕、胡娟、赵军军、田佳、姚南红、姜玉娟、唐维学、汪金鹏、孙璐、刘鹏宇、祁生平、唐新、康亚先、刘志宏、刘竹英、杨欢、宋宇佳、焦智斌。

铈铁合金化学分析方法 第2部分：铝、硅、镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1. 范围

本部分规定了铈铁合金中铝、硅、镍量的测定方法。 本部分适用于铈铁合金中铝、硅、镍量的测定。测定范围：硅、镍：0.010%-0.20%，铝：0.020%-0.20%。

1. 方法原理

试样经盐酸、硝酸加热分解，在盐酸介质下，使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪，于各元素所对应的波长处进行测定。

1. 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的优级纯试剂，所用水均为二级水。

* 1. 硝酸（ρ1.42g/mL）。
  2. 硝酸（1+1）。
  3. 盐酸（1+1）。
  4. 过氧化氢（30%）。
  5. 铝标准贮存溶液：称取0.1000g铝[*w*（Al）≥99.99％]于250mL烧杯中，加15mL盐酸（3.3）低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100mL容量瓶中以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铝。
  6. 铝标准使用溶液：移取标准贮存溶液（3.5）5.00mL于50mL容量瓶中，加入5mL盐酸（3.3）以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100μg铝。
  7. 镍标准贮存溶液：称取0.1000g镍[*w*（Ni）≥99.99％]于250mL 烧杯中，加10mL硝酸(3.2）低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入100mL容量瓶以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg镍。
  8. 镍标准使用溶液：移取标准贮存溶液（3.7）5.00mL于50mL容量瓶中，加入5mL盐酸（3.3）以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100μg镍。
  9. 硅标准贮存溶液：称取0.2140g二氧化硅[*w*（SiO2）≥99.99％，预先于120℃烘2h]，置于铂坩埚中，加入5g无水碳酸钠，混匀，于950℃~1000℃中熔融至红色透明。稍冷，置于300mL聚四氟乙烯烧杯中，用热水浸取熔块，加热至溶液清亮，冷却后移入1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。立即转移至聚乙烯瓶中保存，此溶液1mL含100μg硅。
  10. 铁基体溶液（镍＜0.001%；铝＜0.0005%；硅＜0.001%)：称取5.0000g金属铁[*w*（Ni）≥99.99％]于聚四氟乙烯烧杯中，加少量水润湿，加50mL盐酸（3.3）和5mL硝酸（3.1）低温溶解至清，以水稀释定容至100mL容量瓶中，混匀，转移至聚乙烯瓶中保存，此溶液1 mL 含50mg铁。
  11. 铈基体溶液（镍＜0.0002%；铝＜0.0005%；硅＜0.001%)：称取1.2284g氧化铈[*w* (REO) ≥99.5%，*w* (CeO2/REO) ≥99.99%]于烧杯中，加10mL硝酸（3.1）2mL过氧化氢（3.4）溶解至清，以水稀释定容至100mL容量瓶中，混匀，转移至聚乙烯瓶中保存，此溶液1 mL 含10mg铈。
  12. 氩气[*w*（Ar）≥99.99％]。

1. 仪器
   1. 电感耦合等离子体原子发射光谱仪：分辨率<0.006nm（200nm处）
   2. 光源：氩等离子体光源
2. 试样

将试样去掉表面氧化层，取样后立即称量。

1. 分析步骤
   1. 试料

称取5.0g试样（5），精确至0.0001g。

* 1. 测定次数

称取两份试料（6.1）进行平行测定，取其平均值。

* 1. 空白试验

随同试料（6.1）做空白试验。

* 1. 分析试液的制备

将试料（6.1）置于200 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入50mL盐酸（3.3）溶解至近清，补加2mL硝酸（3.2），加热溶解至清。取下冷却后移入100ml聚乙烯容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。移取10.00mL该溶液于100mL聚乙烯容量瓶中，加5mL盐酸（3.2）以水稀释至刻度。混匀，待测。

* 1. 标准系列溶液的配制

标准系列溶液配制见表1。

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标样溶液系列 | 各元素浓度/μg/mL | | | | |
| Ce | Fe | Al | Si | Ni |
| 1 | 750 | 4250 | 0.00 | 0.00 | 0.00 |
| 2 | 750 | 4250 | 0.50 | 0.50 | 0.50 |
| 3 | 750 | 4250 | 1.00 | 1.00 | 1.00 |
| 4 | 750 | 4250 | 2.00 | 2.00 | 2.00 |
| 5 | 750 | 4250 | 5.00 | 5.00 | 5.00 |
| 6 | 750 | 4250 | 10.00 | 10.00 | 10.00 |

* 1. 测定

6.6.1 推荐分析线波长见表2。

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Al | Si | Ni |
| 谱线/nm | 396.153、257.510、237.312 | 251.612 | 231.604 |

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

1. 分析结果的计算与表述

按式（1）计算各待测元素的质量分数，数值以%表示：

………………………………（1）

式中：

*ρ*——分析试液（6.4）中各待测稀土元素的浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ0*——空白试液（6.3）中各待测稀土元素的浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V*0——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V1*——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

*V2*——分析试液（6.4）体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）。

1. 精密度
   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3数据采用线性内插法求得；超过表3含量的测定值，其重复性限(*r*)用外推法计算求得。

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数 / % | 重复性限（*r*）/ % | 元素 | 质量分数 / % | 重复性限（*r*）/ % | 元素 | 质量分数 / % | 重复性限（*r*）/ % |
| 铝 | 0.021 | 0.003 | 硅 | 0.014 | 0.003 | 镍 | 0.012 | 0.002 |
| 0.058 | 0.006 | 0.045 | 0.005 | 0.040 | 0.002 |
| 0.097 | 0.008 | 0.11 | 0.01 | 0.096 | 0.009 |
| 0.20 | 0.02 | 0.21 | 0.02 | 0.20 | 0.02 |
| 注：重复性限（*r*）为2.8×Sr，Sr为实验室内重复性标准差。 | | | | | | | | |

* 1. 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表4所列的允许差。

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数 / % | 允许差/ % | 元素 | 质量分数 / % | 允许差/ % | 元素 | 质量分数 / % | 允许差/ % |
| 铝 | 0.02-0.05 | 0.006 | 硅 | 0.01-0.05 | 0.006 | 镍 | 0.01-0.05 | 0.006 |
| 0.05-0.1 | 0.008 | 0.05-0.1 | 0.008 | 0.05-0.1 | 0.008 |
| 0.1-0.2 | 0.03 | 0.1-0.2 | 0.02 | 0.1-0.2 | 0.02 |

1. 质量保证与控制

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。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_