《稀土铝中间合金化学分析方法》（预审稿）编制说明

1 任务来源

根据全国稀土标准化技术委员会稀土标委[2018]03号文件的要求，包头稀土研究院承担了《稀土铝中间合金化学分析方法》行业标准的起草任务，该标准由2个部分组成：《稀土铝中间合金化学分析方法稀土量的测定》、《稀土铝中间合金化学分析方法稀土总量的测定》。其中，稀土量的测定包括电感耦合等离子体原子发射光谱法和X-荧光光谱法；稀土总量的测定包括草酸盐重量法和EDTA滴定法。按照全国稀土标准化技术委员会要求，包头稀土研究院按时完成各检测方法的研究工作、撰写研究报告，由湖南稀土金属材料研究院、国家钨与稀土产品质量监督检验中心、虔东稀土集团股份有限公司、钢研纳克检测技术有限公司、中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司冶炼分公司分析测试中心、天津包钢稀土研究院有限责任公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、江西理工大学、淄博加华新材料资源有限公司、包头华美稀土高科有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司完成各实验方法的验证工作。

2 编制原则与依据

2.1根据现有《GB/T 31966-2015 钇铝合金》、《XB/T 402-2016钪铝合金》标准要求，以及稀土铝中间合金生产企业需求确定分析方法及测定范围。

2.2根据任务落实会议纪要，确定方法检测的各要素。

2.3根据不同方法以及测定元素量的不同，最终确定方法的允许差。

3 编制过程

3.1相关标准查阅

《稀土铝中间合金化学分析方法》为行业标准首次制定，包头稀土研究院在收集了相关资料与标准，主要参考了《GB/T 31966-2015 钇铝合金》、《XB/T 402-2016钪铝合金》、《GB/T 20975.24-2008 铝及铝合金化学分析方法 稀土总含量的测定》、《GB/T 14635-2008 稀土金属及其化合物化学分析方法 稀土总量的测定》等，为该系列标准的制定做了必要的准备工作。

3.2方法的条件实验与标准编制

《稀土铝中间合金化学分析方法》分别采用酸溶和碱溶两种前处理方法消解样品。其中，酸溶样品中稀土元素量的测定可用电感耦合等离子体原子发射光谱法和X-荧光谱法完成；碱溶样品中稀土总量的测定可用草酸盐重量法和EDTA滴定法完成。

3.2.1 《稀土铝中间合金化学分析方法 稀土元素量的测定 方法1 电感耦合等离子体原子发射光谱法》

3.2.1.1 共存元素的干扰

3.2.1.2 谱线的选择

3.2.1.3 基体浓度的选择

3.2.1.4 称样量试验

3.2.1.5 酸用量试验

3.2.1.6 准确度试验

3.2.1.7 精密度实验

3.2.2 《稀土铝中间合金化学分析方法 稀土元素量的测定 方法2 X-荧光光谱法》

3.2.2.1 仪器工作条件及分析线的确定

3.2.2.2 酸的选择与加入量

3.2.2.3 称样量实验

3.2.2.4 熔剂实验

3.2.2.5 脱模剂实验

3.2.2.6 熔样温度试验

3.2.2.7 熔样时间试验

3.2.2.8 统一样分析结果统计

3.2.2.9 标准加入实验

3.2.2.10 检测下限

3.2.3 《稀土铝中间合金化学分析方法 稀土总量的测定 方法1 草酸盐重量法》

3.2.3.1 氢氧化钠溶液用量的选择

3.2.3.2 统一样均匀性实验

3.2.3.3 碱分离滤液中的稀土量对检测结果的影响

3.2.3.4 碱分离沉淀中铝的测定

3.2.3.5 草沉条件的选择

3.2.3.6 草沉滤液中的稀土量对检测结果的影响

3.2.3.7 灼烧后生成物中非稀土杂质量对检测结果的影响

3.2.3.8 准确度实验

3.2.4 《稀土铝中间合金化学分析方法 稀土总量的测定 方法2 EDTA滴定法》

3.2.4.1 称样量实验

3.2.4.2 试样溶解条件实验

3.2.4.3 40%氢氧化钠溶液用量实验

3.2.4.4 铝、铁的最大允许干扰量实验

3.2.4.5 氢氟酸用量实验

3.2.4.6 氟化稀土保温时间实验

3.2.4.7 氟化稀土过滤洗涤次数实验

3.2.4.8 掩蔽剂的选择

3.2.4.9 缓冲溶液的选择

3.2.4.10 精密度和准确度试验

3.2.4.11 标准回收实验

3.3验证实验与数据分析

第一验证单位为中国北方稀土(集团)高科技股份有限公司湖南、稀土金属材料研究院、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、虔东稀土集团股份有限公司，第二验证单位为天津包钢稀土研究院有限责任公司、国家钨与稀土产品质量监督检验中心、钢研纳克检测技术股份有限公司、包头华美稀土高科有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、淄博加华新材料资源有限公司，各检测方法研究报告已发至验证单位，验证结论由各验证单位相继返回。

3.4反馈意见分析

各检测方法研究报告验证结果见意见汇总表。

4 标准的主要技术内容说明

4.1 《稀土铝中间合金化学分析方法 稀土元素量的测定 方法1 电感耦合等离子体原子发射光谱法》

4.1.1测定范围：本部分规定了稀土铝中间合金中稀土元素量的测定方法。测定范围：1.00%~15.00%。

4.1.2 方法原理：试样经稀盐酸溶解，在稀盐酸介质中，直接以全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定。

4.1.3 仪器：电感耦合等离子体发射光谱仪。

4.1.4 方法误差

|  |  |
| --- | --- |
| 稀土元素量/% | 允许差/% |
| 1.00~7.00 | 0.30 |
| 7.00~15.00 | 0.40 |

4.2 《稀土铝中间合金化学分析方法 稀土元素量的测定 方法2 -荧光光谱法》

4.2.1 测定范围：本部分适用于稀土铝中间合金中稀土元素镧、铈、钐、钇量的测定。各元素测定范围：1.00%-15.00%。

4.2.2 方法原理：试样经稀盐酸溶解，转移至铂黄坩埚中蒸至近干，加入无水四硼酸锂和偏硼酸锂混合熔剂，以溴化铵为脱模剂，在熔样机内于1050℃熔融，制成玻璃样片，选择适当的数学模型校正元素间基体效应，用X射线荧光光谱法测定。

4.2.3 仪器：X射线荧光光谱仪、自动电热熔样机或高频电感熔样机或自动火焰熔样机。

4.2.4 方法误差

|  |  |
| --- | --- |
| 稀土元素量/% | 允许差/% |
| 1.00~7.00 | 0.40 |
| 7.00~15.00 | 0.60 |

4.3 《稀土铝中间合金化学分析方法 稀土总量的测定 方法1 草酸盐重量法》

4.3.1 测定范围：本部分适用于稀土铝中间合金中稀土总量的测定。测定范围：15.00%~40.00%。

4.3.2 方法原理：试料用氢氧化钠溶液溶解，过滤分离铝、镁、钙、硅等共存元素。在pH1.8~2.0的酸度下，草酸沉淀稀土，灼烧至恒重。重稀土总量的测定，需将草沉滤液中稀土量与灼烧沉淀加和完成。

4.3.3 仪器：电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

4.3.4 方法误差

|  |  |
| --- | --- |
| 稀土总量/% | 允许差/% |
| 15.00~25.00 | 0.40 |
| 25.00~40.00 | 0.60 |

4.4 《稀土铝中间合金化学分析方法 稀土总量的测定 方法2 EDTA滴定法》

4.4.1 测定范围：本部分适用于稀土铝中间中稀土总量的测定。测定范围：15.00%～40.00%。

4.4.2 方法原理：试样用40%氢氧化钠溶液溶解，碱分离除去绝大部分干扰元素铝，氟化分离除去干扰元素铁，抗坏血酸还原Fe3+，乙酰丙酮掩蔽少量Al3+干扰元素，pH=5.5时，以二甲酚橙作指示剂，用EDTA标准溶液滴定稀土总量。

4.4.3 方法误差

|  |  |
| --- | --- |
| 稀土总量/% | 允许差/% |
| 15.00～25.00 | 0.40 |
| >25.00～35.00 | 0.50 |
| >25.00～40.00 | 0.60 |

5 验证实验结果说明

《稀土铝中间合金化学分析方法》研究报告经中国北方稀土(集团)高科技股份有限公司湖南、稀土金属材料研究院、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、虔东稀土集团股份有限公司、天津包钢稀土研究院有限责任公司、国家钨与稀土产品质量监督检验中心、钢研纳克检测技术股份有限公司、包头华美稀土高科有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、淄博加华新材料资源有限公司验证，方法再现性令人满意，符合稀土铝中间合金生产、科研的需求。

6 与国内外同类标准水平的对比分析

本标准为首次制定，该系列标准分析方法具有准确性好、分析速度快、操作简单、方法容易掌握等特点。

包头稀土研究院

2019-03-28