《镨钕钆合金化学分析方法》（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[2019]06号文件的要求，包头稀土研究院承担了《镨钕钆合金化学分析方法》行业标准的起草任务，任务编号2018-2079T-XB，该标准由3个方法组成。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，由赣州有色冶金研究所、有研稀土新材料股份有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、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、钢研纳克检测技术股份有限公司等多家单位承担验证工作（各实验方法验证安排见表1）。项目完成年限为2019年。

**表1 各实验方法验证安排**

| 计划号 | 项目名称 | 实验方法 | 第一验证单位 | 第二验证单位 |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 2018-2079T-XB | 镨钕钆合金化学分析方法 | 方法1：镨钕钆量的测定ICP-OES法 | 赣州有色冶金研究所、有研稀土新材料股份有限公司 | 内蒙古自治区稀土产品质量监督检验研究院（国家稀土产品质量监督检验中心）、江苏金石稀土有限公司、乐山有研稀土新材料有限公司、包头稀土研究院天津分院 |
| 方法2：配分量的测定XRF法 | 虔东稀土集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司 | 厦门稀土材料研究所、有研稀土新材料股份有限公司 |
| 方法3 ：稀土杂质量的测定ICP-OES法 | 淄博加华新材料资源有限公司、钢研纳克检测技术股份有限公司 | 四川江铜稀土有限责任公司、广东省工业分析检测中心 |

**2 编制原则与依据**

2.1参考现有《XB/T 228-2018 镨钕钆合金》标准指标，结合镨钕钆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 主要工作过程**

**3.1 标准查阅及调研**

《镨钕钆合金化学分析方法》为行业标准首次制定，包头稀土研究院在收集相关资料与标准的过程中，主要参考了《XB/T228-2018 镨钕钆合金》、《GB/T 29656-2013镨钕镝合金化学分析方法》、等多项标准，同时积极与生产企业就镨钕钆合金生产工艺进行交流，为该系列标准的制定做了充分的准备工作。

**3.2 标准编制讨论会**

为保证项目的顺利推进，各标准方法研究小组对相关标准、文献及调研内容进行归纳总结，提出相应的实验方案，经专家讨论确定后付诸实施。

**3.3 标准工作安排**

1、2019年4月底前，牵头起草单位完成试验报告，将试验报告及统一样发送至其他起草单位及验证单位。

2、2019年5月底前，一验证单位提出验证报告，并返回至起草单位。

3、2019年6月底前，在一验单位验证无疑义后，二验单位开始进行精密度考核，提出精密度数据，并返回至起草单位。

4、2019年7月底前，在试验报告及验证报告的基础上，由起草单位提出标准征求意见稿，并完成意见征集，形成标准预审稿、标准编制说明等，将标准试验报告、验证报告、标准预审稿、标准编制说明、意见汇总处理表（WORD电子版）发送至稀土标委会秘书处。

5、2019年8月底前，稀土标委会负责将预审稿及编制说明挂网征求更广泛的意见，召开标准预审会。

6、2019年10月15日前，在预审会的基础上，起草单位进行补充试验，并由起草单位提出标准送审稿及补充试验报告，并将补充试验报告、标准送审稿等相关资料（电子版）发送至稀土标委会秘书处。

7、2019年11月底前，稀土标委会负责将送审稿及编制说明挂网征求更广泛的意见，召开标准审定会。

**4 验证单位意见反馈及处理**

《镨钕钆合金化学分析方法》研究内容完成后，包头稀土研究院将研究报告已发至各验证单位，验证结论由各验证单位相继返回。

验证反馈见意见表2。

**表2 各实验方法验证单位意见反馈及处理汇总**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
| 镨钕钆合金化学分析方法 方法1：镨钕钆量的测定ICP-OES法 |
| 1 | / | 建议增加分析谱线Pr440.844nm，可消除Sm的干扰 | 赣州有色冶金研究所 | 采纳 |  |
| 2 | / | 试验采用的标准配置方式不是十分合理，其分取体积4.00、6.00、12.00、15.00 4.50、3.00、2.50mL不能一次使用单标线移液管分取完成，其测量不确定度大于直接称量配置标准方式，建议按下表称量于5个烧杯中，然后稀释至所需浓度。 | 不采纳 | 若采用称量配置标准方式，5次称量所引入的不确定度会更大，建议从母液中分取不同体积获得所需浓度，不能一次使用单标线移液管分取完成，建议采用滴定管。 |
| 3 | / | 试验中标准溶液设计中选用了零点，建议删除该点，被测元素的含量远高于零点，另外5个标准点采用的是近似集体匹配，也与零点不一致。工作曲线的截距也说明使用零点是不合适的。 | 采纳 |  |
| 4 | / | 进行合成样品精密度试验意义没有说明，由于统一样的含量范围能满足方法检测含量范围要求，没有必要进行合成样品精密度试验。既然进行了合成样品精密度试验，就应于用统一样精密度试验进行比较来判断样品均匀性对测定的影响。 | 不采纳 | 由于PrNdGd-23样品均匀性差，为了对实验操作步骤所引入的偶然误差对结果的影响进行数据统计分析，故补充合成样品精密度实验。 |
| 5 | / | 建议增加分析线Pr390.844、Pr453.315和Nd435.817。 | 有研稀土新材料股份有限公司 | 采纳 |  |
| 6 | / | PrNdGd-23样品的成分波动大，测试的精度低，主要与样品成分不均匀有关。 |  |  |
| 7 | / | 无意见 | 江苏金石稀土有限公司 |  |  |
| 8 | / | 无意见 | 国家稀土产品监督检验中心 |  |  |
| 9 | / | 无意见 | 乐山有研稀土新材料有限公司 |  |  |
| 10 | / | 建议增加分析线Pr414.311和Nd406.109 | 天津包钢稀土研究院有限责任公司 | 采纳 |  |
| 镨钕钆合金化学分析方法方法2：配分量的测定XRF法 |
| 11 | 3.8.1 | 本方法绝大多数元素的回收率较高，铈元素除外，其回收率只有74.0%～88.3%。当我们改用0.2ml的点滴方式后，铈的回收率明显改善，为97.5%～104.6%。如果对铈元素有较高的检测要求，建议采用0.2ml的点滴方式。 | 有研稀土新材料股份有限公司 | 不采纳 | 滴加0.1mL时，在总浓度150 mg/mL范围内线性很好。滴加0.2mL时，会使滴加的样品分层，造成线性变差。 |
| 12 |  | 无意见 | 中国有色桂林矿产地质研究院有限公司 |  |  |
| 13 |  | 无意见 | 厦门稀土所 |  |  |
| 14 |  | 无回函 | 虔东稀土集团股份有限公司 |  |  |
| 镨钕钆合金化学分析方法 方法3 ：稀土杂质量的测定ICP-OES法 |
| 15 | / | 无意见 | 钢研纳克检测技术股份有限公司 |  |  |
| 16 | 1 | 前言表1中，第10个被测元素Tb，修改为Yb | 淄博加华新材料资源有限公司 | 采纳 |  |
| 17 | 6.4 | 将“试料（5.1）”修改为“试料（6.1）” | 采纳 |  |
| 18 | 6.6.1 | 推荐分析谱线Yb 320.937,修改为Yb 328.937 | 采纳 |  |
| 19 | 9.1加标回收 | 在加料回收实验中，使用全谱ICP测定Dy 353.852nm结果波动较大 | 不采纳 | 研究过程中，起草单位对353.852nm处干扰及回收率实验结果满意，其它验证单位验证结果与起草单位提供结果基本一致，未提提出异议 |
| 20 | / | 无意见 | 广东省工业分析检测中心 |  |  |
| 21 | 8 | 表9 测定3#合金的La含量与实验报告有所差异 | 四川江铜稀土有限责任公司 | 采纳 | 重新配制标准曲线测3#合金，La含量系统增加，与各验证单位测定结果基本吻合。La测定结果偏低可能是实验期间工作曲线浓度发生变化。 |
| 22 | 6.4 | 将“试料（5.1）”修改为“试料（6.1）” | 采纳 |  |
| 23 | 6.5 | 表2分别移入4个50mL容量瓶中，应该是5个 | 采纳 |  |

**5 标准的主要技术内容说明**

5.1 《镨钕钆合金化学分析方法方法1：镨钕钆量的测定ICP-OES法》

5.1.1测定范围：本部分适用于镨钕钆合金中镨、钕、钆量的测定。测定范围：镨：15.00%～25.00%；钕：55.00%～75.00%；钆：5.00%～25.00%。

5.1.2 方法原理：试样以硝酸溶解，以氩等离子体光源激发，进行光谱测定。将其它稀土杂质减去后用归一的方法得出各元素含量。

5.1.3 仪器：电感耦合等离子体发射光谱仪。

5.2 《镨钕钆合金化学分析方法方法2：配分量的测定XRF法》

5.2.1 测定范围：本部分适用于镨钕钆合金中15个稀土元素配分量的测定。各元素的测定范围见表3。

表3 各元素的测定范围

|  |  |
| --- | --- |
| 成分 | 测定范围（质量分数）/% |
| Pr | 15.00-25.00 |
| Nd | 50.00-75.00 |
| Gd | 5.00-25.00 |
| La、Ce、Sm、Eu、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、Y | 0.050-1.00 |

5.2.2 方法原理：试样用硝酸分解，加去离子水定容，制成滤纸片薄样，用X-射线荧光光谱测定各稀土元素的X射线荧光强度，选择相应的数学模型，计算出待测元素的相对含量。

5.2.3 仪器：X射线荧光光谱仪。

5.3 《镨钕钆合金化学分析方法方法3 ：稀土杂质量的测定ICP-OES法》

5.3.1 测定范围：本方法适用于镨钕钆合金中镧、铈、钐、铕、铽、镝、钬、铒、铥、镱、镥、钇含量的测定。测定范围见表4。

表4

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 被测元素 | 测定范围 | 被测元素 | 测定范围 |
| La | 0.020~0.20% | Ho | 0.040~0.20% |
| Ce | 0.020~0.20% | Er | 0.020~0.20% |
| Sm | 0.020~0.20% | Tm | 0.020~0.20% |
| Eu | 0.020~0.20% | Yb | 0.020~0.20% |
| Tb | 0.040~0.20% | Lu | 0.020~0.20% |
| Dy | 0.020~0.20% | Y | 0.020~0.20% |

5.3.2 方法原理：试料以硝酸溶解，在稀硝酸介质中，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。

5.3.3 仪器：电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

**6 验证实验结果说明**

《镨钕钆合金化学分析方法》研究报告经赣州有色冶金研究所、有研稀土新材料股份有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、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、钢研纳克检测技术股份有限公司、内蒙古自治区稀土产品质量监督检验研究院（国家稀土产品质量监督检验中心）、江苏金石稀土有限公司、乐山有研稀土新材料有限公司、包头稀土研究院天津分院、厦门稀土材料研究所、有研稀土新材料股份有限公司、四川江铜稀土有限责任公司、广东省工业分析检测中心验证，方法再现性令人满意，符合镨钕钆合金生产、科研的需求。

**7 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

2019-08-04