

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

稀土铁合金化学分析方法

第6部分：钨、钼、钛量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

**Chemical analysis methods for rare earth ferroalloy**

**Part 6: Determination of tungsten、molybdenum、and titanium contents－Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry**

（预审稿）

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

CCS H 14

GB/T XXXXX.6—202X

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 XXXXX-202X《稀土铁合金化学分析方法》 的第6部分。

GB/T XXXXX-202X共分9个部分：

——第1部分：稀土总量的测定；

——第2部分：稀土杂质含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分：钙、镁、铝、镍、锰、硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第4部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；

——第5部分：氧量的测定 脉冲-红外吸收法；

——第6部分：钼、钨、钛量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——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 钼蓝分光光度法；

——第9部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法。

本部分为第6部分。

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：

本文件主要起草人：。

引 言

稀土铁合金是指含有铁和一种或多种稀土元素的合金，一般采用熔盐电解法或熔配法制得，主要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钢铁材料的稀土添加剂。化学成分是稀土铁合金产品的重要考核指标。科学、准确的化学成分分析方法标准，通过明确适用范围，规范试剂和材料、试验设备和步骤，并经过反复多次的试验和验证给出精密度数据，可以增强不同试验室间数据的一致性和可比性，为稀土铁合金产品的品质核查提供严谨、规范的技术手段，有利于促进稀土铁合金产品的生产与贸易。在稀土铁合金产品化学成分分析领域，我国目前现行有效的分析标准有GB/T26416-2010《镝铁合金化学分析方法》、XB/T 616-2012《钆铁合金化学分析方法》、XB/T 621-2016《钬铁合金化学分析方法》、XB/T 623-2018《铈铁合金化学分析方法》、XB/T 624-2018《钇铁合金化学分析方法》。

本系列标准GB/T26416《稀土铁合金化学分析方法》重点针对镧铁、铈铁、镧铈铁、钕铁、镝铁、钆铁、钬铁和钇铁等稀土铁合金的稀土总量、稀土杂质和非稀土杂质的检测，共由8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 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分：钙、镁、铝、镍、锰、硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第4部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；

——第5部分：氧量的测定 脉冲-红外吸收法；

——第6部分：钼、钨、钛量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——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 钼蓝分光光度法；

——第9部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法。

本系列标准以GB/T26416-2010为基础，合并了XB/T 616-2012、XB/T 621-2016、XB/T 623-2018、XB/T 624-2018等标准，最后形成对镧铁、铈铁、镧铈铁、钕铁、镝铁、钆铁、钬铁和钇铁等稀土铁合金中稀土总量、稀土杂质和非稀土杂质的综合分析方法标准系列。经修订的方法标准引用了先进的检测方法，并基本覆盖了镧铁、铈铁、镧铈铁、钕铁、镝铁、钆铁、钬铁和钇铁等现有的稀土铁合金产品。本系列标准方法的建立为稀土铁合金化学成分的测定提供了快捷、准确的方法规范，具有良好的操作性。

本系列标准根据最新的标准化文件的结构和起草规则编写，所有标准方法均通过多家实验室试验、验证，修改“允许差”条款为“再现性”条款，在标准中给出了至少覆盖高、中、低的重复性、再现性限值，使方法的精密度要求更趋于完善。

稀土铁合金化学分析方法

第6部分：钨、钼、钛量的测定

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中钨、钼、钛含量的测定方法。

本文件适用稀土铁合金中钨、钼、钛含量的测定。测定范围：钨0.010%～0.20%；钼0.0050%～0.10%；钛0.0050%～0.10%。

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 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

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 方法原理

试料用硝酸、氢氟酸溶解，同时分离稀土基体，以氩等离子体光源激发，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分析纯及以上试剂和符合GB/T 6682规定的二级及以上蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

5.1 焦硫酸钾。

5.2 氢氧化钠（优级纯）。

5.3 硝酸（ρ1.42g/mL；分析纯）

5.4 氢氟酸（ρ1.14g/mL；分析纯）。

5.5 氨水（1+3；优级纯）。

5.6 硫酸（5+95）。

5.7 硼酸溶液（50g/L）。

5.8 钨标准贮存溶液：称取0.1261g预先在110℃烘干1h并在干燥器中冷却至室温的氧化钨（纯度>99.99%），置于聚四氟乙烯烧杯中，用20mL水及2g氢氧化钠（5.2）溶解，定容至100mL。此溶液1mL含1mg钨。保存于塑料瓶中。

5.9 钼标准贮存溶液：称取0.1500g预先在110℃烘干1h并在干燥器中冷却至室温的氧化钼（纯

度>99.99%），置于聚四氟乙烯烧杯中，用20mL氨水（5.5）溶解，定容至100mL。此溶液1mL含1mg钼。保存于塑料瓶中。

5.10 钛标准贮存溶液：称取0.1669g经850℃灼烧1h并在干燥器中冷却至室温的二氧化钛（纯度>99.99%）置于铂金坩埚中，加人3g～4g焦硫酸钾（5.1）于650℃～700℃熔融至红色透明，取出稍冷，将其放人400mL烧杯中，加入100mL硫酸（5.6），低温加热浸取，用硫酸（5.6）洗出坩埚，溶液冷却至室温移入200mL容量瓶中，用硫酸（5.6）稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含500µg钛。保存于塑料瓶中。

5.11 混合标准溶液：分别移取10mL钨标准贮存溶液（5.8）、5mL钼标准贮存溶液（5.9）和10mL钛标准贮存溶液（5.10）于500mL容量瓶中，加25mL氢氟酸（5.4），用水定容至刻度，混匀。此溶液1mL含20µg钨、10µg钼和钛。保存于塑料瓶中。

5.12 氩气（体积分数≥99.99%）

6 仪器设备

6.1 电子天平：分度值0.1 mg。

6.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪，波长范围200 nm～800 nm。

在仪器正常工作状态下，凡达到下列指标均可使用：

——分辨率：小于0.006nm（200 nm处）。

——重复性：用1.00 mg/L的铜标准溶液，连续10次测量标准溶液，计算10次测量值的相对标准偏差（RSD）≤1.5%。

——稳定性：用1.00 mg/L的铜标准溶液，在不少于2h内，间隔15min以上，重复6次测量标准溶液，计算6次测量值的相对标准偏差（RSD）≤2.0%。

7 样品

将试样制备成粉末或小粒状，密封，置于干燥器中备用。

8 试验步骤

8.1 试料

称取1.0g 样品（7），精确至0.0001 g。

8.2 平行测定

平行做两份试验。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 分析试液的制备

8.4.1将试料（8.1）置于200mL聚四氟乙烯烧杯中，用水润湿样品，加入5mL硝酸（5.3），溶解至清亮，加入约50mL水，加热至近沸，加入约2mL氢氟酸（5.4），加热至近沸，保温10min，放置冷却至室温，移入100mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。待沉淀下沉后，用两张慢速滤纸干过滤。

8.4.2分取10.00 mL试液（8.4.1）于100 mL容量瓶中，加入10mL硼酸溶液（5.7），5 mL 硝酸（5.3），

稀释至刻度，混匀，待用。

8.5 系列标准溶液的配制

移取0mL、0.5mL、1mL、2mL、5mL、10mL混合标准溶液（5.11）于6个100mL塑料容量瓶中，补加4滴氢氟酸（5.4），10mL硼酸溶液（5.7），5 mL 硝酸（5.3），用水稀释至刻度混匀。系列标准溶液浓度见表1。

表1 系列标准溶液浓度

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 系列标准溶液序号 | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 各元素质量浓度/（µg/mL） | W | 0 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 1.0 | 2.0 |
| Mo | 0 | 0.050 | 0.10 | 0.20 | 0.50 | 1.0 |
| Ti | 0 | 0.050 | 0.10 | 0.20 | 0.50 | 1.0 |

8.6 测定

8.6.1分析线波长见表2

表2 推荐分析谱线波长

|  |  |
| --- | --- |
| 测定元素 | 波长/nm |
| W | 207.912、209.475 |
| Mo | 202.032、281.615 |
| Ti | 337.280、338.376 |

8.6.2工作曲线的绘制

在选定仪器工作条件下，将系列标准溶液（8.5）用选定的分析谱线进行氩等离子体光谱测定。以待测元素光信号强度为纵坐标，系列标准溶液质量浓度为横坐标，绘制工作曲线，线性相关系数应≥0.9995。

8.6.3空白试液的测定

在工作曲线（8.6.2）符合测定的要求后，将空白试验用溶液（8.3）用选定的分析谱线进行氩等离子体光谱测定。仪器根据工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出空白试液中待测元素的质量浓度。

8.6.4分析试液的测定

在工作曲线（8.6.2）符合测定的要求后，将分析试液（8.4.2）用选定的分析谱线进行氩等离子体光谱测定。仪器根据工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出分析试液中待测元素的质量浓度。

9 试验数据处理

按式（1）计算被测元素的质量分数（%）

**×**100％ ……………………(1)

式中：

一一计算机输出的分析试液中各元素的浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

一一计算机输出的空白溶液中各元素的浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V*一一试液（8.4.1）的总体积，单位为毫升（mL）：

*V2*一一分析试液（8.4.2）的体积，单位为毫升（mL）；

*m*一一试料的质量，单位为克（g）；

*V1*一一分取试液（8.4.1）的体积，单位为毫升（mL）。

10 精密度

10.1 精密度原始数据及统计分析

精密度数据是在2022年由6家试验室对6个不同含量的水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的样品中钨、钼、钛量的测定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。

10.2 重复性

在重复性条件下获得的两次独立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或外延法求得。

表3 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 试样 | 元素 | 质量分数% | 重复性限(*r*)% |
|  |  |  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |

10.3 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表4数据采用线性内插法或外延法求得。

表4 再现性

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 试样 | 元素 | 质量分数% | 重复性限(*r*)% |
|  |  |  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |