

**国家市场监督管理总局**

国家标准化管理委员会

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

稀土铁合金化学分析方法

第9部分：磷量的测定

铋磷钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods for rare earth ferroalloy -

Part 9：Determination of phosphorus content-

Bismuth Phosphmolybdate blue spectrophotometry

（预审稿）

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

H 14

GB/T 26416.9-202X

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：标准化该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9部分，GB/T 26416已经发布了以下部分：

──第1部分：GB/T 26416.1-201X 稀土铁合金化学分析方法 稀土总量的测定 重量法；

──第2部分：GB/T 26416.2-201X稀土铁合金化学分析方法 铁量的测定 重铬酸钾滴定法；

──第3部分：GB/T 26416.3-201X稀土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4部分：GB/T 26416.4-201X稀土铁合金化学分析方法 钙、镁、铝、镍、锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

 ──第5部分：GB/T26416.5-202X稀土铁合金化学分析方法 钛、钼、钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

──第6部分：GB/T 26416.6-201X稀土铁合金化学分析方法 碳、硫量的测定 高频-红外吸

收法；

──第7部分：GB/T26416.7-201X稀土铁合金化学分析方法 氧量的测定 脉冲-红外吸收法；

──第8部分：GB/T 26416.8-201X稀土铁合金化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法；

──第9部分：GB/T 26416.9-202X稀土铁合金化学分析方法 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度

法；

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：

本文件主要起草人：

引 言

本文件所指稀土铁合金为含有铁和一种或多种稀土元素的中间合金，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钢铁材料的制备。化学成分是稀土铁合金的重要考核指标。 本次修订GB/T 26416《稀土铁合金化学分析方法》系列标准，整合了行业标准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》等，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、铈铁、镧铈铁、钕铁、镝铁、钆铁、钬铁和钇铁等）的稀土总量、稀土杂质含量、非稀土杂质含量的系列方法标准，通过明确标准的适用范围，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9部分：磷量的测定 铋磷钼蓝分光光度法

1. 范围

本文件规定了稀土铁合金（镧铁、铈铁、钆铁、镝铁、钬铁、钇铁、镧铈铁）中磷含量的测定方法。

本文件适用于稀土铁合金（镧铁、铈铁、钆铁、镝铁、钬铁、钇铁、镧铈铁）中磷含量的测定。测定范围（质量分数）：0.005%～0.20%。

1. 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

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 原理

试样经盐酸和硝酸分解，高氯酸冒烟至小体积，将亚磷酸氧化成正磷酸，在硫酸介质中，磷与铋及钼酸铵形成黄色磷铋钼三元杂多酸，用抗坏血酸将其还原为蓝色络合物，于分光光度计700 nm波长处测量吸光度，计算磷的含量。

1. 试剂或材料

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682规定的一级水。

5.1　盐酸（ρ=1.19 g/mL），优级纯。

5.2　硝酸（ρ=l.42 g/mL），优级纯。

5.3　高氯酸（ρ=l.67 g/mL）。

5.4　硫酸（1+3，优级纯）。

5.5　硝酸铋溶液（10g/L）： 称取10克硝酸铋，加入硝酸（5.2）30 mL溶解完全、加100mL水，煮沸驱除氮氧化物，加100ml硫酸（5.4），冷却至室温，移入1000ml容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。

5.6　钼酸铵溶液（50g/L）：称取50g钼酸铵溶解于1L水中。

5.7　抗坏血酸溶液（20g/L）：称取2g抗坏血酸溶解于100 mL水中，用时现配。

5.8　磷标准贮存液：称取0.4394 g磷酸二氢钾(优级纯，预先经105℃～110℃烘干1h)于250mL烧杯中，加水溶解，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀（此溶液1mL含100µg磷）。

5.9　磷标准溶液：移取5.00 mL磷标准贮存液（5.8）于100mL容量瓶中，水稀释至刻度，混匀（此溶液1mL含5 µg磷）。

6　仪器设备

可见分光光度计

7　样品

将试样制成粉末或小粒状，密封包装，取样后立即称量。

8　试验步骤

8.1　试料

按表1称取试样，精确至0.000 1g。

表1 试样称取量与分取体积

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 含量（质量分数）范围/% | 试料/g | 分取试液的体积/mL |
| 0.005~0.050 | 1.00 | 10.00 |
| ＞0.050~0.20 | 0.50 | 5.00 |

8.2　平行测定

平行进行两次测定，取其平均值。

8.3　空白试验

随同试料（8.1）进行空白试验。

8.4　测定

8.4.1　将试料（8.1）置于250 mL烧杯中，用水润湿，加入10 mL盐酸（5.2）和5 mL硝酸（5.1），于低温炉缓慢加热至试样溶解完全，取下稍冷，加入5mL高氯酸（5.3），加热冒烟至1~2 mL，取下稍冷，加入10 mL硫酸（5.4）、10ml水，加热溶解盐类，冷却至室温，将溶液移入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2　按表1分取溶液（8.4.1）于50 mL比色管中，加入4mL硫酸（5.4），2mL硝酸铋溶液（5.5），用水稀释至25 ml，再加入3mL钼酸铵（5.6），每加一种溶液必须立即混匀，加入5 mL抗坏血酸（5.7），用水稀释至刻度，混匀。在室温下显色30 min。

8.4.3 将部分试料溶液（8.4.2）移入3cm比色皿中，以试料空白溶液作参比，于分光光度计波长700 nm处，测量其吸光度。在标准曲线上求出溶液（8.4.2）的磷含量。

8.5　标准曲线的绘制

8.5.1 分别移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、6.00 mL磷标准溶液（5.9）于50mL比色管中，以下按8.4.2操作。

8.5.2将部分试液（8.5.1）移入3cm比色皿中，以试剂空白溶液作参比，于分光光度计波长700 nm处，测量其吸光度。以磷含量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

9　试验数据处理

磷含量以磷的质量分数*w*P计，按公式（1）计算：

%………………………………（1）

式中：

*m1*—自标准曲线上查得的磷量，单位为微克（μg）；

*V*—试液总体积（8.4.1），单位为毫升（mL）；

*m0*—试料的质量，单位为克（g）；

*V1*—移取试液体积（8.4.2），单位为毫升（mL）；

计算结果保留2位有效数字，数值修约按照GB/T 8170规定执行。

10　精密度

10.1　精密度原始数据及统计分析

本文件精密度数据是由8家实验室对磷含量的5个不同水平样品进行共同试验确定的，数据统计按照GB/T 6379.2进行。每个实验室对每个水平的锑含量在重复性条件下独立测定11次。测量的原始数据见附录A。

10.2　重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值的范围内，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1数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 重复性

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |

10.3　再现性

在不同的实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值的范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 再现性

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |

11　试验报告

试验报告应包括以下内容：

——试验对象；

——所使用的标准（包括发布或出版年号）；

——所使用的方法（如果标准中包括几个方法）；

——分析结果及其表示；

——观测到的异常现象；

——试验日期。

附 录 A

（资料性）

精密度试验原始数据

A.1 本附录精密度数据是在2022年由7家实验室对磷含量的5个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的磷含量在重复性条件下独立测定11次。测量的原始数据见表A.1。

表A.1 精密度试验原始数据

| 实验室 | 测定数 | 不同水平下磷的质量分数/%，（n=11） |
| --- | --- | --- |
| 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 |
| 1 | 1 |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |
| 5 |  |  |  |  |  |
| 6 |  |  |  |  |  |
| 7 |  |  |  |  |  |
| 8 |  |  |  |  |  |
| 9 |  |  |  |  |  |
| 10 |  |  |  |  |  |
| 11 |  |  |  |  |  |
| 2 | 1 |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |
| 5 |  |  |  |  |  |
| 6 |  |  |  |  |  |
| 7 |  |  |  |  |  |
| 8 |  |  |  |  |  |
| 9 |  |  |  |  |  |
| 10 |  |  |  |  |  |
| 11 |  |  |  |  |  |
| 3 | 1 |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |
| 5 |  |  |  |  |  |
| 6 |  |  |  |  |  |
| 7 |  |  |  |  |  |
| 8 |  |  |  |  |  |
| 9 |  |  |  |  |  |

表A.1 精密度试验原始数据（续）

| 实验室 | 测定数 | 不同水平下磷的质量分数/%，（n=11） |
| --- | --- | --- |
| 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 |
| 3 | 10 |  |  |  |  |  |
| 11 |  |  |  |  |  |
| 4 | 1 |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |
| 5 |  |  |  |  |  |
| 6 |  |  |  |  |  |
| 7 |  |  |  |  |  |
| 8 |  |  |  |  |  |
| 9 |  |  |  |  |  |
| 10 |  |  |  |  |  |
| 11 |  |  |  |  |  |
| 5 | 1 |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |
| 5 |  |  |  |  |  |
| 6 |  |  |  |  |  |
| 7 |  |  |  |  |  |
| 8 |  |  |  |  |  |
| 9 |  |  |  |  |  |
| 10 |  |  |  |  |  |
| 11 |  |  |  |  |  |
| 6 | 1 |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |
| 5 |  |  |  |  |  |
| 6 |  |  |  |  |  |
| 7 |  |  |  |  |  |
| 8 |  |  |  |  |  |
| 9 |  |  |  |  |  |
| 10 |  |  |  |  |  |
| 11 |  |  |  |  |  |
| 7 | 1 |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |
| 3 |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |
| 5 |  |  |  |  |  |
| 6 |  |  |  |  |  |

表A.1 精密度试验原始数据（续）

| 实验室 | 测定数 | 不同水平下磷的质量分数/%，（n=11） |
| --- | --- | --- |
| 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 |
| 7 | 7 |  |  |  |  |  |
| 8 |  |  |  |  |  |
| 9 |  |  |  |  |  |
| 10 |  |  |  |  |  |
| 11 |  |  |  |  |  |