

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

稀土铁合金化学分析方法

第8部分：硅量的测定

钼蓝分光光度法

**Chemical analysis methods for rare earth ferroalloy-**

**Part 8: Determination of silicon content**

**Molybdenum blue spectrophotometry**

（送审稿）

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

CCS H 14

GB/T XXXXX.8—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8部分。GB/T XXXXX-202X《稀土铁合金化学分析方法》已经发布了以下部分：

──第1部分：GB/T XXXXX.1-202X 稀土总量的测定 重量法；

 ──第2部分：GB/T XXXXX.2-202X 铁量的测定 重铬酸钾滴定法；

──第3部分：GB/T XXXXX.3-202X 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 XXXXX.4-202X 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/T XXXXX.5-202X 钛、钼、钨的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

──第6部分：GB/T XXXXX.6-202X 碳、硫量的测定 高频-红外吸收法；

──第7部分：GB/T XXXXX.7-202X 氧量的测定 脉冲-红外吸收法；

──第8部分：GB/T XXXXX.8-202X 硅量的测定 钼蓝分光光度法；

──第9部分：GB/T XXXXX.9-202X 磷量的测定 钼蓝分光光度法；

本部分为第8部分。

本部分由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）归口。

本部分起草单位：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、中国北方稀土（集团）高科技股份有限公司、赣州晨光稀土新材料股份有限公司、中国科学院海西研究院厦门稀土材料研究所、江西理工大学、江阴加华新材料资源有限公司

本部分主要起草人： 邓楠、栗生辰、王金凤、王佳敏、徐宁、陈燕、张其凯、刘连和、姚京璧、吴伟明

引　言

稀土铁合金为稀土元素与铁元素的中间合金。随着稀土应用领域的拓展，稀土铁合金种类日益增多，市场需求越来越大。目前，镧铁（LaFe）、铈铁（CeFe）、镧铈铁（LaCe-Fe）合金主要用作冶金领域添加剂，添加至钢中起到净化、变质和微合金化作用；镝铁（DyFe）、钆铁（GdFe）、钬铁（HoFe）、钇铁（ YFe）合金由于可取代部分单一重稀土金属，成为钕铁硼磁性材料比较合适的备选材料；钇铁（ YFe）合金还广范应用于超磁致伸缩材料、光记录材料、钢铁的添加剂、球墨铸铁的球化剂、蠕化剂等。 随着稀土铁合金产品种类和应用领域的不断开发，供需双方对标准的需求日益明显。

本文件为标准的第8部分：钼蓝分光光度法测定硅量。在《镝铁合金化学分析》和《铈铁合金化学分析》中硅为仪器法测定，而钼蓝分光光度法是经典的化学分析方法，比仪器法经典准确，可作为仲裁检验方法。

建立《稀土铁合金化学分析方法》系列方法标准，规范检测流程，给出精密度要求，有利于提高检测数据的可比性，减少供需双方关于检测结果的纠纷，也有利于规范相关产品的质量控制，促进其应用。

稀土铁合金化学分析方法

第8部分：硅量的测定

钼蓝分光光度法

1. 范围

本文件规定了稀土铁合金中硅含量的测定方法。

本文件适用于稀土铁合金中硅含量的测定。测定范围: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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 15676 稀土术语

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

GB/T 15676《稀土术语》界定的术语和定义适用于本文件。

1. 方法原理

试样以稀酸溶解，在稀酸介质中，硅与钼酸铵形成硅钼杂多酸，在硫酸和草酸介质中分解磷、砷杂多酸，用抗坏血酸还原硅钼杂多酸为蓝色低价络合物，于分光光度计波长810nm处测量吸光度，以标准曲线法求得相应的硅量。

1. 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯及以上试剂和蒸馏水或去离子水或二级水。

1. 混和酸：将180 mL盐酸（优级纯）和60 mL硝酸（优级纯），加入760 mL去离子水，混合均匀。
2. 硫酸溶液（1+2）。
3. 硫酸溶液（1+5）。
4. 钼酸铵（50 g/L）。
5. 草酸-硫酸混合酸：1g草酸溶于100mL硫酸（5.3）中。
6. 抗坏血酸（20 g/L），用时配制。
7. 硅标准贮存溶液：优先使用有证标准溶液。或称取0.2140 g二氧化硅（SiO2，纯度>99.9%，120 ℃烘干2 h），置于铂坩埚中，加入1 g无水碳酸钠（优级纯），于1000 ℃±20 ℃加热至完全熔融，冷却，溶于水。稍移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 µg硅。
8. 硅标准溶液:移取10.00 mL硅标准贮存溶液（5.7）置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 µg硅。
9. 仪器设备

可见分光光度计。

在仪器最佳工作条件下，凡达到下列指标者均可使用。

——波长810 nm处光谱带宽不大于10 nm，波长测量精确至±2 nm；

——精密度：用校准曲线最高浓度溶液测量10次吸光度，相对标准偏差不大于0.3%。

1. 样品

样品需去掉表面氧化层。取样后，立即称量。

1. 试验步骤
	1. 试样

称取样品2.00 g，精确至0.0001 g。

* 1. 平行试验

平行做两份试验。

* 1. 空白试验
		1. 空白试验：钆铁合金、镝铁合金、钬铁合金、钇铁合金试样，随同试样做空白试验。
		2. 铁基空白试验：镧铁合金、铈铁合金、镧铈铁合金试样，根据试样量称取适量纯铁，随同试样做空白试验。
	2. 试样的溶解

将试样（8.1）置于250 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入约20 mL水，40 mL混合酸（5.1），盖上烧杯盖，低温微热溶解试样，溶解过程中不断补加水，保持溶液体积无明显减少。溶解至试样反应完全后取下，用水洗杯壁及烧杯盖，冷却至室温，将溶液转移至250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

* 1. 显色

8.5.1当试样为钆铁合金、镝铁合金、钬铁合金、钇铁合金时：分取5.00mL试液（8.4）于50 mL容量瓶，加入10 mL水，加入0.4 mL硫酸溶液（5.2），5.0 mL钼酸铵溶液（5.4），在不低于20℃的室温下放置20 min；加入5.0 mL草酸-硫酸混合酸（5.5）；立即加入5.0 mL抗坏血酸溶液（5.6），每次加入一种溶液后都要摇匀。用水稀释至刻度，混匀；放置20 min。

8.5.2 当试样为镧铁合金、铈铁合金、镧铈铁合金时：分取5.00 mL试液（8.4）两份于50 mL容量瓶中，加入10 mL水。一份溶液制备显色液，其余步骤同8.5.1；另一份溶液制备参比液，分别加入5.0 mL草酸-硫酸混合酸（5.5），0.4 mL硫酸溶液（5.2），5.0 mL钼酸铵溶液（5.4），立即加入5.0 mL抗坏血酸溶液（5.6）。用水稀释至刻度，混匀；在不低于20℃的室温下放置20 min。

* 1. 测定

移取部分试液（8.5）于1 cm吸收池中。钆铁合金、镝铁合金、钬铁合金、钇铁合金试样以试剂空白溶液为参比；镧铁合金、铈铁合金、镧铈铁合金试样以参比溶液为参比。于分光光度计波长810 nm处，测量吸光度。从工作曲线上查出相应的硅量。

* 1. 工作曲线的绘制与测定
		1. 钆铁合金、镝铁合金、钬铁合金、钇铁合金工作曲线的绘制

依次移取0，0.20 mL，0.50 mL，1.00 mL，2.00 mL，4.00 mL，8.00 mL硅标准溶液（5.9），用水稀释至约20 mL。以下步骤同8.5.1。移取部分溶液（8.6.1）于1 cm吸收池中，于分光光度计波长810 nm处，以试剂空白溶液为参比，测量吸光度。以硅含量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

* + 1. 镧铁合金、铈铁合金、镧铈铁合金工作曲线的绘制

分取5.00 mL铁基试验溶液（8.3.2）于一组50 mL容量瓶中，依次移取0，0，0.20 mL，0.50 mL，1.00 mL，2.00 mL，4.00 mL，8.00 mL硅标准溶液（5.9），用水稀释至约20 mL。其中一份不加硅标准的铁基试验溶液按8.5.2制备参比溶液。其余试液按8.5.2制备显色溶液。移取部分溶液（8.6.2）于1 cm吸收池中，于分光光度计波长810 nm处，以参比溶液为参比，测量吸光度。以硅含量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

1. 试验数据处理

硅的含量以质量分数*w*计，按式（1）计算：

 $w(Si)=\frac{（m\_{1}−m\_{0}）∙V×10^{−6}}{m∙ V\_{1}}×100$……………………………（1）

式中：

*m*1 ——自标准曲线上查得试液的硅含量，单位为微克（µg）；

*m*0 ——自标准曲线上查得空白试液的硅含量，单位为微克（µg）；

*V* ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V*1——分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

*m*——样品的质量，单位为克（g）。

两次平行测定结果胡绝对差值不大于表１中相应重复性限时，取其平均值为测定结果，所得结果保留两位有效数字，数值修约按GB/T 8170的规定执行。

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2数据采用线性内插法或外延法求得。

表1 重复性限

|  |  |
| --- | --- |
| 硅的质量分数% | 重复性限（*r*）% |
| 0.0072 | 0.0004 |
| 0.017 | 0.002 |
| 0.027 | 0.003 |
| 0.053 | 0.004 |
| 0.077 | 0.005 |
| 0.10 | 0.01 |
| 0.20 | 0.02 |

* 1. 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3数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 再现性限

|  |  |
| --- | --- |
| 硅的质量分数% | 再现性限（*R*）% |
| 0.0072 | 0.0010 |
| 0.017 | 0.005 |
| 0.027 | 0.008 |
| 0.053 | 0.010 |
| 0.077 | 0.015 |
| 0.10 | 0.02 |
| 0.20 | 0.03 |

附 录 A

（资料性）

精密度试验原始数据

精密度数据是在2021年由7家试验室对硅含量的7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钠含量在重复性条件下独立测定11次。测量原始数据见表A.1。

表A.1 精密度试验原始测定数据

| 实验室 | 水平1 | 水平2 | 水平3 | 水平4 | 水平5 | 水平6 | 水平7 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1# | 0.00740  | 0.0162  | 0.0281  | 0.0510  | 0.0801  | 0.106  | 0.202  |
| 0.00735  | 0.0153  | 0.0252  | 0.0502  | 0.0772  | 0.099  | 0.201  |
| 0.00690  | 0.0151  | 0.0268  | 0.0521  | 0.0748  | 0.102  | 0.205  |
| 0.00707  | 0.0141  | 0.0258  | 0.0527  | 0.0788  | 0.105  | 0.194  |
| 0.00701  | 0.0150  | 0.0272  | 0.0526  | 0.0805  | 0.103  | 0.192  |
| 0.00691  | 0.0157  | 0.0251  | 0.0493  | 0.0753  | 0.105  | 0.199  |
| 0.00712  | 0.0148  | 0.0273  | 0.0507  | 0.0742  | 0.103  | 0.201  |
| 0.00723  | 0.0152  | 0.0258  | 0.0542  | 0.0770  | 0.105  | 0.190  |
| 0.00728  | 0.0161  | 0.0243  | 0.0492  | 0.0761  | 0.100  | 0.192  |
| 0.00682  | 0.0152  | 0.0280  | 0.0491  | 0.0777  | 0.099  | 0.202  |
| 0.00684  | 0.0161  | 0.0262  | 0.0489  | 0.0796  | 0.101  | 0.205  |
| 2# | / | 0.0162  | 0.0270  | 0.0482  | 0.0751  | 0.098  | 0.196  |
| / | 0.0151  | 0.0233  | 0.0486  | 0.0790  | 0.098  | 0.203  |
| / | 0.0158  | 0.0232  | 0.0500  | 0.0822  | 0.100  | 0.201  |
| / | 0.0162  | 0.0270  | 0.0518  | 0.0778  | 0.102  | 0.199  |
| / | 0.0168  | 0.0262  | 0.0492  | 0.0809  | 0.102  | 0.195  |
| / | 0.0153  | 0.0261  | 0.0516  | 0.0768  | 0.103  | 0.202  |
| / | 0.0162  | 0.0232  | 0.0518  | 0.0782  | 0.099  | 0.205  |
| / | 0.0153  | 0.0250  | 0.0492  | 0.0771  | 0.101  | 0.193  |
| / | 0.0152  | 0.0251  | 0.0521  | 0.0742  | 0.103  | 0.199  |
| / | 0.0149  | 0.0271  | 0.0528  | 0.0751  | 0.102  | 0.196  |
| / | 0.0143  | 0.0249  | 0.0529  | 0.0782  | 0.102  | 0.202  |
| 3# | 0.00747 | 0.0172 | 0.0279  | 0.0513  | 0.0782  | 0.102  | 0.192  |
| 0.00742 | 0.0152 | 0.0251  | 0.0502  | 0.0788  | 0.099  | 0.201  |
| 0.00705 | 0.0151 | 0.0269  | 0.0479  | 0.0718  | 0.101  | 0.196  |
| 0.00757 | 0.0168 | 0.0287  | 0.0519  | 0.0803  | 0.097  | 0.199  |
| 0.00744 | 0.0150  | 0.0300  | 0.0533  | 0.0802  | 0.096  | 0.198  |
| 0.00715 | 0.0153 | 0.0258  | 0.0492  | 0.0751  | 0.098  | 0.194  |
| 0.00728 | 0.0163 | 0.0266  | 0.0473  | 0.0743  | 0.099  | 0.195  |
| 0.00689 | 0.0163 | 0.0286  | 0.0518  | 0.0759  | 0.101  | 0.198  |
| 0.00706 | 0.0162 | 0.0292  | 0.0492  | 0.0734  | 0.100  | 0.195  |
| 0.00688 | 0.0169 | 0.0267  | 0.0502  | 0.0776  | 0.099  | 0.196  |
| 0.00689 | 0.0176 | 0.0288  | 0.0493  | 0.0743  | 0.097  | 0.205  |
| 4# | 0.00738 | 0.0171  | 0.0238  | 0.0524  | 0.0779  | 0.109  | 0.207  |
| 0.00738 | 0.0172  | 0.0234  | 0.0522  | 0.0778  | 0.104  | 0.208  |
| 0.00723 | 0.0167  | 0.0235  | 0.0511  | 0.0773  | 0.107  | 0.202  |
| 0.00768 | 0.0177  | 0.0226  | 0.0508  | 0.0767  | 0.109  | 0.204  |
| 0.00753 | 0.0173  | 0.0240  | 0.0518  | 0.0774  | 0.109  | 0.206  |
| 0.00738 | 0.0174  | 0.0243  | 0.0527  | 0.0789  | 0.111  | 0.209  |
| 0.00737 | 0.0170  | 0.0224  | 0.0536  | 0.0783  | 0.106  | 0.205  |
| 0.00755 | 0.0171  | 0.0235  | 0.0517  | 0.0786  | 0.107  | 0.201  |
| 0.00728 | 0.0175  | 0.0208  | 0.0516  | 0.0776  | 0.108  | 0.204  |
| 0.00750 | 0.0172  | 0.0231  | 0.0530  | 0.0781  | 0.099  | 0.183  |
| 0.00732 | 0.0174  | 0.0230  | 0.0520  | 0.0791  | 0.107  | 0.202  |
| 5# | 0.0111 | 0.0171  | 0.0309  | 0.0574  | 0.0763  | 0.107  | 0.210  |
| 0.0111 | 0.0173  | 0.0314  | 0.0577  | 0.0767  | 0.107  | 0.211  |
| 0.0111 | 0.0174  | 0.0314  | 0.0578  | 0.0769  | 0.107  | 0.211  |
| 0.0111 | 0.0174  | 0.0314  | 0.0582  | 0.0771  | 0.108  | 0.211  |
| 0.0111 | 0.0175  | 0.0304  | 0.0581  | 0.0765  | 0.108  | 0.211  |
| 0.0112 | 0.0175  | 0.0308  | 0.0581  | 0.0773  | 0.108  | 0.211  |
| 0.0111 | 0.0175  | 0.0309  | 0.0581  | 0.0773  | 0.108  | 0.211  |
| 0.0111 | 0.0176  | 0.0309  | 0.0580  | 0.0774  | 0.108  | 0.211  |
| 0.0111 | 0.0176  | 0.0309  | 0.0581  | 0.0767  | 0.108  | 0.211  |
| 0.0111 | 0.0176  | 0.0309  | 0.0580  | 0.0773  | 0.103  | 0.211  |
| 0.0112 | 0.0177  | 0.0309  | 0.0581  | 0.0773  | 0.103  | 0.212  |
| 6# | 0.0102 | 0.0186  | 0.0295  | 0.0560  | 0.0769  | 0.103  | 0.204  |
| 0.0102 | 0.0192  | 0.0297  | 0.0556  | 0.0753  | 0.103  | 0.201  |
| 0.0103 | 0.0199  | 0.0283  | 0.0560  | 0.0778  | 0.110  | 0.202  |
| 0.00992 | 0.0195  | 0.0298  | 0.0562  | 0.0789  | 0.107  | 0.202  |
| 0.0104 | 0.0200  | 0.0288  | 0.0551  | 0.0783  | 0.106  | 0.211  |
| 0.0105 | 0.0195  | 0.0286  | 0.0558  | 0.0797  | 0.108  | 0.211  |
| 0.0106 | 0.0204  | 0.0289  | 0.0550  | 0.0760  | 0.111  | 0.195  |
| 0.0104 | 0.0200  | 0.0292  | 0.0555  | 0.0794  | 0.109  | 0.209  |
| 0.0106 | 0.0181  | 0.0288  | 0.0541  | 0.0796  | 0.106  | 0.211  |
| 0.0107 | 0.0205  | 0.0289  | 0.0554  | 0.0801  | 0.108  | 0.202  |
| 0.0109 | 0.0200  | 0.0289  | 0.0560  | 0.0799  | 0.100  | 0.197  |
| 7# | 0.00688 | 0.0161  | 0.0249  | 0.0543  | 0.0742  | 0.104  | 0.199  |
| 0.00748 | 0.0163  | 0.0269  | 0.0542  | 0.0753  | 0.107  | 0.191  |
| 0.00764 | 0.0170  | 0.0261  | 0.0534  | 0.0728  | 0.107  | 0.190  |
| 0.00703 | 0.0161  | 0.0258  | 0.0497  | 0.0748  | 0.107  | 0.195  |
| 0.00718 | 0.0160  | 0.0268  | 0.0508  | 0.0760  | 0.107  | 0.189  |
| 0.00763 | 0.0164  | 0.0267  | 0.0537  | 0.0767  | 0.105  | 0.196  |
| 0.00747 | 0.0162  | 0.0254  | 0.0539  | 0.0759  | 0.103  | 0.201  |
| 0.00732 | 0.0158  | 0.0265  | 0.0531  | 0.0742  | 0.108  | 0.198  |
| 0.00703 | 0.0164  | 0.0263  | 0.0516  | 0.0744  | 0.104  | 0.202  |
| 0.00673 | 0.0167  | 0.0254  | 0.0497  | 0.0785  | 0.099  | 0.194  |
| 0.00718 | 0.0163  | 0.0253  | 0.0517  | 0.0777  | 0.103  | 0.196  |

备注：由于样品量不足，实验室2缺少水平1的测试数据。