



中华人民共和国国家标准

GB/T 26416.1—2022

代替 GB/T 26416.1—2010

稀土铁合金化学分析方法 第 1 部分：稀土总量的测定

Chemical analysis methods for rare earth ferroalloy—
Part 1: Determination of total rare earth content

2022-12-30 发布

2023-07-01 实施

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 26416《稀土铁合金化学分析方法》的第 1 部分。GB/T 26416 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：稀土总量的测定；
- 第 2 部分：稀土杂质含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 3 部分：钙、镁、铝、镍、锰量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 4 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 5 部分：氧含量的测定 脉冲-红外吸收法。

本文件代替 GB/T 26416.1—2010《铈铁合金化学分析方法 第 1 部分：稀土总量的测定 重量法》，与 GB/T 26416.1—2010 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了适用范围，由“铈铁合金”更改为“稀土铁合金”，方法 1 草酸盐重量法的测定范围(质量分数)从“70.00%~90.00%”更改为“10.00%~90.00%”(见第 1 章，2010 年版的第 1 章)；
- b) 更改了方法 1 坩埚的材质(见 4.3.3，2010 年版的 4.3)；
- c) 更改了方法 1 的试料称样量(见 4.5.1，2010 年版的 6.1)；
- d) 更改了方法 1 的过氧化氢和草酸溶液的用量(见 4.5.4.2，2010 年版的 6.4.2)；
- e) 更改了方法 1 的草酸沉淀和烧杯的洗涤次数(见 4.5.4.3，2010 年版的 6.4.3)；
- f) 增加了方法 1 的草沉淀液中稀土含量的测定(见 4.5.5)；
- g) 更改了方法 1 的计算公式(见 4.6.1，2010 年版的第 7 章)，增加了钽铁合金和钷铁合金测定结果的修正计算(见 4.6.2)；
- h) 增加了方法 2 (乙二胺四乙酸二钠)EDTA 滴定法(见第 5 章)；
- i) 增加了方法 3 电感耦合等离子体发射光谱法(见第 6 章)；
- j) 更改了“精密度”，并将“允许差”更改为“再现性”(见 4.7、5.7、6.8，2010 年版的第 8 章)。

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：包头稀土研究院、赣州晨光稀土新材料有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、中国北方稀土(集团)高科技股份有限公司、国家钨与稀土产品质量监督检验中心、湖南稀土金属材料研究院有限责任公司、内蒙古自治区稀土产品质量监督检验研究院、福建省长汀金龙稀土有限公司、包头市宏博特科技有限责任公司、有研稀土新材料股份有限公司、赣州湛海新材料科技有限公司、包头华美稀土高科有限责任公司、山东南稀金石新材料有限公司、内蒙古希捷环保科技有限公司、包头天和磁材科技股份有限公司、中化地质矿山总局浙江地质勘察院。

本文件主要起草人：王东杰、高立红、王素梅、杨学正、赵文怡、张秀艳、李欣欣、邢嵘嵘、刘丹娜、陈燕、田佳、曹俊杰、凌乐玖、修迎、李淑萍、韩颖、王贵超、王可、温世薇、刘荣丽、宋毅程、王金凤、崔春燕、徐静、林英、薛建萍、刘志勇、张晓虹、董义、王现利、吴英昕、罗威、胡改霞、王春水、周红梅、李明来。

本文件于 2010 年首次发布，本次为第一次修订。

引 言

本文件所指稀土铁合金为铁与一种或多种稀土元素组成的中间合金,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作为脱氧剂、添加剂等用于钢铁冶炼。化学成分是稀土铁合金的重要考核指标。GB/T 26416 整合了行业标准 XB/T 616—2012《钕铁合金化学分析方法》、XB/T 621—2016《钕铁合金化学分析方法》、XB/T 623—2018《钕铁合金化学分析方法》、XB/T 624—2018《钕铁合金化学分析方法》,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、钕铁、镧钕铁、钕铁、镨铁、钕铁、钕铁和钕铁等)生产、应用中需要考核的指标的化学分析方法标准,包括稀土总量、稀土杂质含量、非稀土杂质含量的检测等。根据检测对象和检测手段的不同以及基体的差异等,GB/T 26416 拟由 9 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 电感耦合等离子体发射光谱法;
- 第 3 部分:钙、镁、铝、镍、锰量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;
- 第 4 部分:铁量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 5 部分:氧含量的测定 脉冲-红外吸收法;
- 第 6 部分:钨、钨、钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;
- 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 光度法;
- 第 9 部分:磷量的测定 钼磷钼蓝分光光度法。

上述各个部分标准通过明确适用范围、规范试剂、材料、试验设备和步骤,并经过多家实验室反复的试验和验证给出精密度数据,增强了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。

本次对 GB/T 26416.1 的修订增加了 EDTA 滴定法测定稀土总量(方法 2)和电感耦合等离子体发射光谱法(方法 3)测定主要稀土元素含量,不仅为用户提供了更多的测试方法的选择,还提供了稀土总量与各主要稀土元素量不同测试对象的选择。3 个方法的精密度数据均是在 2020 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稀土总量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。

稀土铁合金化学分析方法

第 1 部分：稀土总量的测定

1 范围

本文件规定了稀土铁合金中稀土总量的测定方法,包括 3 个方法:草酸盐重量法(方法 1)、EDTA 滴定法(方法 2)、电感耦合等离子体发射光谱法(方法 3)。

本文件适用于稀土铁合金中稀土总量的测定,方法 1 和方法 2 适用于稀土铁合金中稀土总量的测定,测定范围(质量分数):10.00%~90.00%;方法 3 适用于钪铁合金、铈铁合金、钪铈铁合金中主稀土元素量的测定,测定范围(质量分数):1.00%~20.00%。测定范围重叠部分以方法 1 作为仲裁方法。

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 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 草酸盐重量法(方法 1)

4.1 方法提要

试料用盐酸溶解,用过氧化氢氧化二价铁,pH 在 1.8~2.0 范围的条件下,以草酸溶液沉淀稀土,分离铁,在 950 °C 的条件下将草酸稀土灼烧成氧化物,称其质量。对于钪铁合金和钇铁合金滤液中钪和钇用电感耦合等离子体发射光谱法测定,校正结果。

4.2 试剂或材料

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符合实验室 GB/T 6682 规定的二级及以上蒸馏水或去离子水或相当纯度的水,液体试剂均保存于塑料瓶中。优先使用有证标准溶液。

4.2.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

4.2.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

4.2.3 高氯酸($\rho=1.67$ g/mL)。

4.2.4 草酸溶液($\rho=100$ g/L)。

4.2.5 过氧化氢[$w(\text{H}_2\text{O}_2)\geq 30\%$]。

4.2.6 草酸洗液($\rho=2$ g/L)。