



中华人民共和国国家标准

GB/T 16477.1—2010
代替 GB/T 16477.1—1996

稀土硅铁合金及镁硅铁合金 化学分析方法 第 1 部分：稀土总量的测定

Chemical analysis methods of rare earth ferrosilicon alloy and
rare earth ferrosilicon magnesium alloy—
Part 1: Determination of total rare earth content

2011-01-14 发布

2011-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 16477《稀土硅铁合金及镁硅铁合金化学分析方法》共分 5 个部分：

- 第 1 部分：稀土总量的测定；
- 第 2 部分：钙、镁、锰量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 3 部分：氧化镁量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 4 部分：硅量的测定；
- 第 5 部分：钛量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为第 1 部分。

本部分是对 GB/T 16477.1—1996《稀土硅铁合金及镁硅铁合金化学分析方法 稀土总量测定》的修订。

本部分与 GB/T 16477.1—1996 相比，主要有如下变动：

- 使用电感耦合等离子体发射光谱法代替三溴偶氮胂分光光度法测定稀土总量，测定范围由 0.20%~6.00% 调整为 0.50%~6.00%；
- 使用 EDTA 滴定法代替原草酸盐重量法测定稀土总量；
- 增加了精密度条款；
- 增加了质量保证和控制条款。

本部分两个方法的分析范围出现重叠时，以方法 1 作为仲裁分析方法。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分由包头稀土研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法 1 由包头稀土研究院起草。

本部分方法 1 由中国兵器工业集团第五二研究所、包头出入境检验检疫局参加起草。

本部分方法 1 主要起草人：崔爱端、李玉梅。

本部分方法 1 参加起草人：田小亭、王玥、孟传金、旭仁花、纪元。

本部分方法 2 由包头稀土研究院起草。

本部分方法 2 由中国兵器工业集团第五二研究所、包头出入境检验检疫局参加起草。

本部分方法 2 主要起草人：郝茜、周凯红。

本部分方法 2 参加起草人：段东升、王玥、田小亭、孟传金、旭仁花、杨春艳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 16477.1—1996。

稀土硅铁合金及镁硅铁合金 化学分析方法 第 1 部分:稀土总量的测定

方法 1 电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

GB/T 16477 的本部分方法 1 规定了稀土硅铁合金及镁硅铁合金中稀土总量的测定方法。

本部分方法 1 适用于稀土硅铁合金及镁硅铁合金中稀土总量的测定。测定范围:0.50%~6.00%。

2 原理

试料经硝酸和氢氟酸分解,高氯酸冒烟驱氟,在稀盐酸介质中,直接以氩等离子体光源激发,进行光谱测定。

3 试剂与材料

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

3.3 高氯酸(ρ 1.66 g/mL)。

3.4 过氧化氢(30%)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 硝酸(1+1)。

3.7 镧标准贮存溶液:称取 0.117 3 g 预先在 900 °C 灼烧 1 h 并在干燥器中冷却至室温的氧化镧($\text{REO}>99.5\%$, $\text{La}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$)于 150 mL 烧杯中,加少量水湿润,加入 10 mL 盐酸(3.5)溶解,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 镧。

3.8 铈标准贮存溶液:称取 0.122 8 g 预先在 900 °C 灼烧 1 h 并在干燥器中冷却至室温的氧化铈($\text{REO}>99.5\%$, $\text{CeO}_2/\text{REO}>99.99\%$)于 150 mL 烧杯中,加少量水湿润,加入 10 mL 硝酸(3.6),滴加过氧化氢(3.4),加热至溶解,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 铈。

3.9 镨标准贮存溶液:称取 0.120 8 g 预先在 900 °C 灼烧 1 h 并在干燥器中冷却至室温的氧化镨($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Pr}_6\text{O}_{11}/\text{REO}>99.99\%$)于 150 mL 烧杯中,加少量水湿润,加入 10 mL 盐酸(3.5)溶解,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 镨。

3.10 钕标准贮存溶液:称取 0.116 6 g 预先在 900 °C 灼烧 1 h 并在干燥器中冷却至室温的氧化钕($\text{REO}>99.5\%$, $\text{Nd}_2\text{O}_3/\text{REO}>99.99\%$)于 150 mL 烧杯中,加少量水湿润,加入 10 mL 盐酸(3.5)溶解,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 钕。