



中华人民共和国国家标准

GB/T 16477.1~16477.5—1996

稀土硅铁合金及镁硅铁合金 化学分析方法

Methods for chemical analysis of rare earth ferrosilicon
alloy and rare earth ferrosilicon magnesium alloy

1996-07-09 发布

1997-01-01 实施

国家技术监督局 发布

目 次

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	1
GB/T 16477.2—1996	稀土硅铁合金及镁硅铁合金化学分析方法	钙、镁、锰量的测定	7
GB/T 16477.3—1996	稀土硅铁合金及镁硅铁合金化学分析方法	氧化镁量的测定	12
GB/T 16477.4—1996	稀土硅铁合金及镁硅铁合金化学分析方法	硅量测定	16
GB/T 16477.5—1996	稀土硅铁合金及镁硅铁合金化学分析方法	钛量的测定	20

中华人民共和国国家标准

稀土硅铁合金及镁硅铁合金 化学分析方法 稀 土 总 量 测 定

GB/T 16477.1—1996

Methods for chemical analysis of
rare earth ferrosilicon alloy and rare earth ferrosilicon
magnesium alloy—Determination of total rare earth content

代替 YB 2503—77

第一篇 方法 1 重量法测定稀土总量

1 主题内容与适用范围

本标准规定了稀土硅铁合金、稀土镁硅铁合金中稀土总量的测定方法。

本标准适用于稀土硅铁合金、稀土镁硅铁合金中稀土总量的测定。测定范围：2%~42%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试样用硝酸、氢氟酸溶解，高氯酸冒烟驱氟，经二次氨水分离钙镁并脱水除硅，在 pH1.8 的酸性溶液中，以草酸沉淀稀土。经保温、过滤、洗涤，于 900℃灼烧至恒重。称重氧化物并扣除氧化钪量，乘以换算系数，即为稀土总量。

4 试剂和材料

4.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.2 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

4.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

4.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.5 乙醇(95%)。

4.6 过氧化氢(30%)。

4.7 氯化铵。

4.8 盐酸(1+1)。

4.9 盐酸(1+4)。

4.10 盐酸(5+95)。

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施

- 4.11 盐酸溶液(0.225 mol/L)。
- 4.12 氨水(1+1)。
- 4.13 氨水(1+4)。
- 4.14 氯化铵洗涤液: 2 g 氯化铵溶于 100 mL 水中,使用时用氨水(4.12)调至 pH9~10。
- 4.15 草酸溶液(100 g/L)。
- 4.16 草酸洗涤液(10 g/L)。
- 4.17 抗坏血酸溶液(20 g/L)。
- 4.18 酒石酸溶液(50 g/L)。
- 4.19 一氯乙酸缓冲溶液(pH1.7): 称取 87 g 一氯乙酸,溶于 200 mL 水中,用氨水调至 pH1.7(用酸度计或精密试纸测量)。
- 4.20 二氧化钍标准贮存溶液: 称取 0.210 6 g 硝酸钍[Th(NO₃)₄·4H₂O](>99.9%)于 200 mL 烧杯中,加少量水溶解,加 10 mL 盐酸(4.4)蒸干,再加 25 mL 盐酸(4.4)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 二氧化钍。
- 4.21 二氧化钍标准溶液: 移取 50.00 mL 二氧化钍标准贮存溶液(4.20)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 二氧化钍。
- 4.22 间甲酚紫指示剂(1 g/L 乙醇溶液)。
- 4.23 对硝基酚指示剂(5 g/L)。
- 4.24 偶氮胂 I 溶液(2 g/L)。

5 仪器和设备

- 5.1 分析天平,感量 0.1 mg。
- 5.2 分光光度计。
- 5.3 高温炉,温度 0℃~1 100℃。

6 分析步骤

6.1 测定数量

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

6.2 试料

按表 1 称取试料,精确至 0.000 1 g。

表 1

稀土总量,%(m/m)	试料,g
≤10.00	0.500 0
>10.00	0.300 0

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.2)置于干燥黄金皿中,缓缓滴加 5 mL 硝酸(4.1),5 mL 氢氟酸(4.2),待试料溶解反应平静后,加 3~5 mL 高氯酸,加热至冒高氯酸烟,取下稍冷,用水冲洗皿壁,继续加热至高氯酸浓烟冒尽。

注:边缓缓滴加氢氟酸(4.2)边摇动黄金皿,避免因反应剧烈引起试样飞溅。

6.4.2 取下冷却,加 20 mL 盐酸(4.8)于黄金皿中,加热溶解盐类并转移至 300 mL 烧杯中,用带胶皮头的玻璃棒将皿擦净,用水分次冲洗皿壁。继续加热溶清,加热水稀至体积 130 mL,滴加氨水(4.12)至

大量沉淀出现并过量 20 mL,加 1~2 mL 过氧化氢(4.6),加热至微沸 2 min 后,补加 5 mL 氨水(4.12),保持溶液最终 pH>9。取下稍冷,用中速滤纸过滤,用温热的氯化铵洗涤液(4.14)洗烧杯和沉淀各二次,弃去滤液。

注:稀土镁硅铁合金分离时,加 3~5 g 氯化铵。

6.4.3 将沉淀用热的盐酸(4.8)溶于原烧杯中,按 6.4.2 条中氨水分离重复一次,用温热的氯化铵洗涤液(4.14)洗烧杯 3 次,沉淀 6~7 次,弃去滤液。

注:稀土镁合金二次氨水分离时,可不必再加氯化铵(4.7)。

6.4.4 沉淀和滤纸置于原烧杯中。加 25 mL 硝酸(4.1),5~7 mL 高氯酸(4.3),盖上表皿加热破坏滤纸,待剧烈作用停止后,继续加热至冒浓厚白烟并蒸至体积 1~2 mL,取下稍冷,加 2~3 mL 盐酸(4.4),1~2 滴过氧化氢(4.6),50 mL 热水,用热水洗涤表面皿及烧杯内壁,用中速滤纸过滤于 400 mL 烧杯中,用温热盐酸(4.10)洗涤烧杯 3 次,洗涤滤纸 6~7 次,滤去二氧化硅及不溶物。

注:破坏滤纸时若溶液变黑,表明硝酸加入量不足,应立即取下烧杯补加硝酸。

6.4.5 滤液稀至体积 150 mL,加热至沸,加入 50 mL 近沸的草酸溶液(4.15),4~5 滴间甲酚紫指示剂(4.22),滴加氨水(4.12)至试液由深粉色变为浅粉色,此时 pH 约为 1.8(用精密 pH 试纸检验),在不断搅拌下加入 10 mL 乙醇(4.5),加热近沸并保温 20 min。

6.4.6 取下流水冷却至室温,用慢速滤纸过滤,用草酸洗涤液(4.16)洗烧杯 3 次,用一小片滤纸擦净烧杯并将沉淀全部转移至滤纸上,洗沉淀 6~8 次。将沉淀和滤纸转移至已恒重的铂坩中,烘干、灰化,并于 900℃ 马弗炉中灼烧 30 min。取出置于干燥器中冷却至室温称重。重复灼烧直至恒重。

6.4.7 将恒重后的稀土氧化物置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.8)和数滴过氧化氢(4.6),低温加热溶解,取下冷却至室温,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.8 移取上述溶液 5.00 mL 于 25 mL 容量瓶中,加入 2 mL 抗坏血酸溶液(4.17),1 mL 酒石酸溶液,摇匀,加 2 滴对硝基酚指示剂(4.23),用氨水(4.13)调至溶液变黄色,再用盐酸(4.8)将溶液调至无色,加 2 mL 盐酸(4.11),2.5 mL 一氯乙酸缓冲溶液(4.19),2 mL 偶氮胂 I 溶液(4.24),以水稀至刻度,混匀。

6.4.9 将部分试液置于 3 cm 比色皿中,于分光光度计波长 590 nm 处,以试剂空白溶液为参比测量吸光度,从工作曲线上查出相应的二氧化钍量。

6.4.10 工作曲线的绘制

移取 0.00,1.00,2.00,4.00,6.00,8.00 mL 二氧化钍标准溶液(4.21)分别置于一系列 25 mL 容量瓶中,按 6.4.8 进行显色并测量吸光度,以二氧化钍量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按下式计算稀土总量的质量百分数:

$$RE(\%) = \frac{(m_3 - m_2 - m_1) \times 0.831}{m_0} \times 100$$

式中: m_3 ——稀土氧化物和二氧化钍的质量, g;

m_2 ——二氧化钍的质量, g;

m_1 ——空白的质量, g;

m_0 ——试料的质量, g;

0.831——为包头矿中混合稀土氧化物换算成稀土金属的换算系数。

注:其他地区矿物中的换算系数应根据实验数据另求。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列的允许差。

表 2

%

稀土总量	允 许 差
2.00~5.00	0.20
> 5.00~11.00	0.30
>11.00~29.00	0.40
>29.00~42.00	0.50

第二篇 方法 2 三溴偶氮肿分光光度法测定稀土总量

9 主题内容与适用范围

本标准规定了稀土硅铁合金、稀土镁硅铁合金中低含量稀土的测定方法。

本标准适用于钪组稀土矿冶炼的稀土硅铁合金、稀土镁硅铁合金中低含量稀土的测定。测定范围：0.2%~6.0%。

10 引用标准

- GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
 GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定
 GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

11 方法原理

试样经硝酸-氢氟酸溶解,高氯酸冒烟驱氟,盐酸提取。在 0.96 mol/L 盐酸介质中,加抗坏血酸溶液还原铁,钪组稀土元素与三溴偶氮肿生成蓝色络合物,测量其吸光度。

12 试剂

- 12.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
 12.2 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。
 12.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。
 12.4 盐酸(1+1)。
 12.5 抗坏血酸溶液(20 g/L),用时现配。
 12.6 三溴偶氮肿溶液(1 g/L)。
 12.7 邻菲罗啉溶液(5 g/L):0.5 g 邻菲罗啉用 20 mL 乙醇溶解,再以水稀释至 100 mL。
 12.8 过氧化氢(30%)。
 12.9 稀土标准贮备溶液:称取 1.203 4 g 经提纯的钪组混合稀土氧化物(>99.9%),用盐酸及过氧化氢溶解,以水稀释至 1 000 mL,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 混合稀土。
 12.10 稀土标准溶液:移取 5.00 mL 稀土标准贮备溶液(12.9)于 500 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(12.4),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 混合稀土。

13 仪器

分光光度计。

14 分析步骤

14.1 测定数量

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

14.2 试料

称取 0.100 0 g 试料。

14.3 空白试验

随同试料做空白试验。

14.4 测定

14.4.1 将试料(14.2)置于 250 mL 干燥的聚四氟乙烯烧杯中,加入 5 mL 硝酸(12.1),滴加约 5 mL 氢氟酸(12.2),边加边摇动,待剧烈反应停止后,再加入 3~5 mL 高氯酸(12.3),置于电热板上加热,至高氯酸冒烟,并蒸至近干。冷却后加入 10 mL 盐酸(12.4),2~3 滴过氧化氢(12.8),加热至溶清。用水冲洗杯壁,继续加热至无气泡逸出。冷却后用水转移至 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

注:试料中钡、锶含量大于稀土含量 30% 时,需改用硫酸加热冒烟。

14.4.2 按表 3 移取试液于 50 mL 容量瓶中,加 8.0 mL 盐酸(12.4),3.5 mL 抗坏血酸(12.5),4.0 mL 三溴偶氮胂(12.6),以水稀释至刻度混匀。

表 3

稀土含量, %	分取试液体积, mL
0.20~1.00	10.00
>1.00~2.50	2.00
>2.50~6.00	1.00

注:试料中钙含量大于稀土六倍,在加入三溴偶氮胂之前需加入 2.0 mL 邻菲罗啉(12.7),以掩蔽钙。同时带曲线、带空白。

14.4.3 将部分试液置于 1 cm 比色皿中,于分光光度计上波长 632 nm 处,以随同试料的空白作参比,测量吸光度。

14.4.4 从工作曲线上查出相应的稀土量。

14.5 工作曲线的绘制

14.5.1 移取 0.00, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50 mL 混合稀土标准溶液(12.10)于一系列 50 mL 容量瓶中,以下按 14.4.2, 14.4.3 操作。

14.5.2 以稀土量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

15 分析结果的计算与表述

按下式计算稀土的质量百分数:

$$RE(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的稀土量, μg ;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m ——试料的质量, g。

16 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许差。

表 4

%

稀土含量	允 许 差
0.20~0.50	0.04
>0.50~1.00	0.08
>1.00~2.50	0.12
>2.50~6.00	0.16

附加说明：

本标准由国家计委稀土办公室提出。

本标准由冶金工业部包钢稀土研究院负责起草。

本标准由冶金工业部包钢稀土研究院起草。

本标准主要起草人，方法 1 陈伟莉，方法 2 崔爱端。

中华人民共和国国家标准

稀土硅铁合金及镁硅铁合金 化学分析方法 钙、镁、锰量的测定

GB/T 16477.2—1996

Methods for chemical analysis of

代替 YB 2503—77

rare earth ferrosilicon alloy and rare earth ferrosilicon magnesium
alloy—Determination of calcium, magnesium, and manganese contents

1 主题内容与适用范围

本标准规定了稀土硅铁合金、稀土镁硅铁合金中钙、镁、锰量的测定方法。

本标准适用于稀土硅铁合金、稀土镁硅铁合金中钙、镁、锰量的测定。测定范围：钙 0.50%~6.00%；镁 0.20%~11.00%；锰 0.20%~4.00%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

3 方法原理

试料用硝酸和氢氟酸溶解，加高氯酸冒烟驱氟，以盐酸溶解盐类，加入镧盐做释放剂，加入氯化钾-抗坏血酸做抑制剂，分别于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm、285.2 nm、279.5 nm 处，用空气-乙炔火焰，测量其吸光度，利用工作曲线法计算钙、镁、锰量。

为了消除基体的各种影响，绘制工作曲线时使用和试料溶液相似的基底制备标准系列。

4 试剂

4.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.2 盐酸(1+1)。

4.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.4 硝酸(1+1)。

4.5 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

4.6 高氯酸(ρ 1.66 g/mL)。

4.7 镧盐溶液(35 g/L)：称取 4.12 g 氧化镧(99.99%)，置于 250 mL 烧杯中，加少量水湿润，加入 20 mL 盐酸(4.2)溶解，用水稀释至 100 mL，混匀。

4.8 氯化钾-抗坏血酸溶液：称取 1 g 氯化钾和 1 g 抗坏血酸溶解于 100 mL 水中。用时现配。

4.9 钙标准溶液：称取 0.141 0 g 预先在 850℃灼烧 0.5 h 并在干燥器中冷却至室温的氧化钙

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施

(99.99%),置于150 mL烧杯中,加少量水湿润,加入10 mL盐酸(4.2)溶解,冷却至室温,移入1 000 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100 μg 钙。

4.10 镁标准溶液:

4.10.1 称取0.165 9 g预先在850℃灼烧0.5 h并在干燥器中冷却至室温的氧化镁(99.99%),置于150 mL烧杯中,加少量水湿润,加入10 mL盐酸(4.2)溶解,冷却至室温,移入1 000 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100 μg 镁。

4.10.2 移取20.00 mL镁标准溶液(4.10.1),置于200 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含10 μg 镁。

4.11 锰标准溶液:

4.11.1 称取0.158 8 g预先在105℃烘1 h并在干燥器中冷却至室温的二氧化锰(99.99%),置于150 mL烧杯中,加入10 mL盐酸(4.2),5 mL硝酸(4.4),加热使之完全溶解后,取下冷却至室温,移入1 000 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100 μg 锰。

4.11.2 移取50.00 mL锰标准溶液(4.11.1),置于200 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含25 μg 锰。

4.12 铁基溶液:称取0.100 0 g纯铁(99.99%),置于150 mL烧杯中,加入20 mL盐酸(4.2),加热使之完全溶解后,取下冷却至室温,移入100 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 铁。

4.13 稀土溶液:称取0.120 3 g经提纯的混合稀土氧化物,置于150 mL烧杯中,加入20 mL盐酸(4.2),加热使之完全溶解后,取下冷却至室温,移入100 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 混合稀土。

注:4.13中的混合稀土指包头矿提纯后的混合稀土,如果用其他混合稀土,则需根据换算系数计算称取量。

5 仪器

原子吸收光谱仪,附钙、镁、锰空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

灵敏度:在与最终测量样品溶液的基体相一致的溶液中,钙的特征浓度应小于0.1 μg 钙/mL(波长422.7 nm);镁的特征浓度应小于0.01 μg 镁/mL(波长285.2 nm);锰的特征浓度应小于0.06 μg 锰/mL(波长279.5 nm)。

精密性:用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是零标准溶液)测量10次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的0.5%。

工作曲线的线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于0.7。

仪器工作条件见附录A(参考件)。

6 分析步骤

6.1 测定数量

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

6.2 试料

称取0.100 0 g试料。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料置于干燥的铂皿中,加入 5 mL 硝酸(4.3),缓慢滴加氢氟酸(4.5),至剧烈反应停止后,加入 5 mL 高氯酸(4.6),加热冒烟至近干,稍冷,再加 3 mL 高氯酸(4.6)冒烟至近干,加入 10 mL 盐酸(4.1)溶解盐类,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 依据表 1 准确分取试液于 50 mL 容量瓶中,加入 2 mL 钨盐溶液(4.7),3 mL 氯化钾-抗坏血酸溶液(4.8),以水稀释至刻度,混匀。

表 1 试液分取体积

mL

元 素	含量, %			
		0.20~0.50	0.50~5.00	5.00~11.00
钙	—	—	10	5
镁	10	10	10	5
锰	20	20	10	—

6.4.3 于原子吸收光谱仪波长 422.7 nm、285.2 nm、279.5 nm 处,以空气-乙炔火焰,与标准系列溶液同时,用水调零,分别测量钙、镁、锰的吸光度。

6.4.4 从工作曲线上查出相应的钙、镁、锰量。

注: 镁量高时燃烧器需转角度测量吸光度。

6.5 工作曲线的绘制

根据试料中铁与稀土的配比移取铁基溶液(4.12)和稀土溶液(4.13),配制和试料基体相似的溶液于一系列 50 mL 容量瓶中,按照试料中钙、镁、锰的量选取加入以下标准溶液的量:

钙标准溶液(4.9): 0.00, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL。

镁标准溶液 1(4.10.2): 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00 mL。

镁标准溶液 2(4.10.1): 0.00, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL。

锰标准溶液 1(4.11.2): 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00 mL。

锰标准溶液 2(4.11.1): 0.00, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL。

分别加入 2 mL 钨盐溶液(4.7),3 mL 氯化钾-抗坏血酸(4.8),以水稀释至刻度,混匀。按 6.4.3 测量钙、镁、锰的吸光度。以钙、镁、锰的加入量为横坐标,吸光度为纵坐标分别绘制工作曲线。

注: 也可使用相同基体的标准样品绘制含量对吸光度的工作曲线。

7 分析结果的计算与表述:

钙、镁、锰的质量百分数按下式计算:

$$\text{Ca(Mg,Mn)}\% = \frac{(m_2 - m_1) \cdot V \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中: m_2 ——自工作曲线上查得试液中钙、镁、锰的量, μg ;

m_1 ——自工作曲线上查得空白溶液中钙、镁、锰的量, μg ;

V_1 ——试液分取体积, mL;

V ——试液总体积, mL;

m ——试料的质量, g。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2, 表 3, 表 4 所列允许差。

表 2

%

钙 含 量	允 许 差
0.50~1.00	0.08
>1.00~2.50	0.16
>2.50~4.50	0.24
>4.50~6.00	0.32

表 3

%

镁 含 量	允 许 差
≤0.500	0.030
>0.500~0.750	0.075
>0.75~1.00	0.10
>1.00~2.50	0.15
>2.50~5.00	0.25
>5.00~10.00	0.40
>10.00~12.00	0.50

表 4

%

锰 含 量	允 许 差
0.20~0.50	0.05
>0.50~1.00	0.10
>1.00~4.00	0.20

附 录 A
仪器工作条件
(参考件)

使用 PE-4000 型原子吸收光谱仪的测定钙、镁、锰参考工作条件如下表。

测定元素	波长 nm	灯电流 mA	单色器 通带 nm	燃烧器 高度 mm	乙炔 流量 L/min	空气 流量 L/min
钙	422.7	20	0.7	15	2.3	16
镁	285.2	20	0.7	15	2.3	16
锰	279.5	20	0.7	15	2.3	16

附加说明：

本标准由国家计委稀土办公室提出。

本标准由冶金工业部包头稀土研究院负责起草。

本标准由兵器工业部第五二研究所起草。

本标准主要起草人吕沙白、胡文骏。

中华人民共和国国家标准

稀土硅铁合金及镁硅铁合金 化学分析方法 氧化镁量的测定

GB/T 16477.3—1996

Methods for chemical analysis of
rare earth ferrosilicon alloy and rare earth ferrosilicon
magnesium alloy—Determination of magnesia content

代替 YB 2503—77

1 主题内容与适用范围

本标准规定了稀土镁硅铁合金中氧化镁的测定方法。

本标准适用于稀土镁硅铁合金中氧化镁的测定。测定范围：0.30%~3.00%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

3 方法原理

试样用重铬酸钾溶液浸取分离，在稀盐酸介质中，加入铈盐消除共存元素的干扰，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处，测量氧化镁的吸光度。

4 试剂

4.1 盐酸(1+1)。

4.2 重铬酸钾溶液(40 g/L)：称取 40 g 重铬酸钾，置于 250 mL 烧杯中，用水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.3 氯化铈溶液(100 g/L)：称取 152.4 g 氯化铈[$\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]置于 250 mL 烧杯中，用水溶解后移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.4 氧化镁标准贮存溶液：称取 0.250 0 g 预先于 800℃灼烧至恒重并置于干燥器中冷却至室温的氧化镁(光谱纯)于 100 mL 烧杯中，加 10 mL 盐酸(4.1)加热至溶解完全，冷至室温，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氧化镁。

4.5 氧化镁标准溶液：移取 10.00 mL 氧化镁标准贮存溶液(4.4)于 1 000 mL 容量瓶中，加入 20 mL 盐酸(4.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 氧化镁。

5 仪器

5.1 原子吸收光谱仪，附镁空心阴极灯。

国家技术监督局 1996-07-09 批准

1997-01-01 实施

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

灵敏度: 镁的特征浓度应不大于 $0.005 \mu\text{g/mL}$ 。

精密度: 用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是零标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

工作曲线线性: 将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.7。

仪器工作条件是附录 A(参考件)。

5.2 康氏医用振荡器。

6 分析步骤

6.1 测定数量

称取二份试料平行测定,取其平均值。

6.2 试料

称取 0.1000 g 试料。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.2)置于 150 mL 锥形瓶中,加入 25 mL 重铬酸钾溶液(4.2),用胶皮塞塞紧瓶口,置于振荡器(5.2)上振荡 15 min ,取下用中速滤纸过滤于 250 mL 容量瓶中。用水冲洗锥形瓶 3~4 次,洗涤滤纸至无重铬酸钾溶液的黄色,弃去滤纸。以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 按表 1 将试液移入 50 mL 容量瓶中。加 5.0 mL 盐酸(4.1), 5.0 mL 氯化锶溶液(4.3),用水稀释至刻度,混匀。

表 1

氧化镁含量, %	移取试液体积, mL
≤ 1.00	5.00
> 1.00	2.00

6.4.3 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处,以试剂空白调零,测量试液(6.4.2)的吸光度。

6.4.4 从工作曲线上查出相应氧化镁的浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 $0.00, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00 \text{ mL}$ 氧化镁标准溶液(4.5)于一系列 50 mL 容量瓶中,加入 5.0 mL 盐酸(4.1), 5.0 mL 氯化锶溶液(4.3),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 按 6.4.3 条测定标准溶液系列的吸光度,以氧化镁浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按下式计算氧化镁的百分含量:

$$\text{MgO}(\%) = \frac{(c_2 - c_1) \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中: c_1 ——自工作曲线上查得空白溶液中氧化镁的浓度, $\mu\text{g/mL}$;