

CSM

王海舟 主编

非铁金属 及合金分析

● 中国金属学会推荐技术和方法——冶金分析丛书(卷十)

第四分册

稀土及贵金属分析



科学出版社

中国金属学会推荐技术和方法
——冶金分析丛书

卷十二

非铁金属及合金分析

第四分册

科学出版社

北京

内 容 简 介

为了满足技术进步和国民经济发展对各类非铁金属及合金全面性能指标测定的要求,本卷第四分册依托“全国分析测试体系”的研究成果,汇集了稀土金属及稀土合金、金、银、铂、钯等非铁材料中各成分的各种先进、实用的分析技术和方法,形成了由电感耦合等离子体质谱、电感耦合等离子体发射光谱、X射线荧光光谱、原子发射光谱、原子吸收光谱、氢化物发生-原子荧光光谱、极谱、分光光度、红外线吸收、热导、电导滴定法以及重量法等技术构成的完整的分析体系。

本书可作为从事分析化学研究的科研人员,从事检测工作的厂矿企业分析测试人员,商检、质检和分析测试部门的分析测试人员的常备工具书;也可作为大专院校师生的教学辅助参考书。

图书在版编目(CIP)数据

非铁金属及合金分析(第四分册)/王海舟主编. —北京:科学出版社,2011

(中国金属学会推荐技术和方法——冶金分析丛书·卷十二)

ISBN 978-7-03-030580-0

I. 非… II. 王… III. ①有色金属-化学分析 ②合金-化学分析 IV. ①TG146 ②TG13

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 044402 号

责任编辑:周巧龙 张小娟 / 责任校对:李 影

责任印制:钱玉芬 / 封面设计:陈 敬

科学出版社出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

新 蕾 印 刷 厂 印 刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2011年4月第 一 版 开本:850×1168 1/32

2011年4月第一次印刷 印张:72 1/2

印数:1—1 200

字数:1 944 000

定价:198.00元(共四分册)

(如有印装质量问题,我社负责调换)

《中国金属学会推荐技术和方法 ——冶金分析丛书》序

21 世纪是人类迎来科学技术飞速发展、日新月异的新世纪。新材料层出不穷、新工艺不断推陈出新,一系列冶金分析的新课题被提出,以满足材料科学及冶炼技术科技工作者探索其内在规律以及生产过程质量控制日益严格的要求。国际标准化组织(ISO)以及各国、各级标准部门为此作出了不懈的努力,形成了一系列分析方法的国际标准和国家标准。但是由于标准制订过程的程序及标准选项的原因,这些标准不可能满足各种新产品、新工艺所提出的难以计数的分析新项目的需求。目前,列入国际标准的项目不及实际需要分析项目的万分之一,各国所制订的国家标准也不及实际需要分析项目的千分之一。所以,各企业或研究单位除了十分重视国际标准和国家标准外,也都制订了各企业自己的标准或方法。为了满足各企业制订企业标准的需要,各国的各行业学会(协会)纷纷提出本学会(协会)标准或推荐方法。例如,美国材料试验协会(ASTM)、日本钢铁协会、德国钢铁协会等都推出了本协会标准或推荐方法。其数量是相应国家标准的数十倍,而且每年不断更新,极大地满足了企业和研究者的需求,为各国经济发展作出了很大的贡献。

我国金属材料行业发展十分迅速,新材料、新工艺不断涌现,分析新项目的数量急剧增长。国家、部门、各学会(研讨会)以及各单位均投入了大量的人力、物力,从事分析新技术和新方法的研究,形成了一大批先进、可靠、简便、实用的分析技术和方法。这些技术和方法的研究成果分散在各单位,宝贵的资源无法得到充分利用。为此,中国金属学会于 1997 年决定成立《中国金属学会推荐技术和方法——冶金分析丛书》编委会,汇集各单位的研

究成果以及现行有效、实用、可靠的分析技术和方法,形成《中国金属学会推荐技术和方法》(CSM standards)。这些分析技术和方法,可供科研部门进行新材料及新工艺研究所需新分析项目的参考,也可作为企业制订企业标准方法时借鉴。

王海舟

《中国金属学会推荐技术和方法
——冶金分析丛书》

卷十二 非铁金属及合金分析

编委会

主 编 王海舟

编 委(以姓氏笔画为序)

于 力	王新业	冯先进	刘 英
刘冰心	汤淑芳	许 涛	李 娜
李 培	张英新	张翼明	罗倩华
郑国经	郝 茜	柯瑞华	高新秀
唐燕祥	崔秋红	符 斌	童 坚
臧慕文	颜广炅		

《非铁金属及合金分析》序

1995年冶金分析研讨会曾组织“冶金分析专家系统”课题，其宗旨是收集现行的分析技术和方法，建立分析方法的资源库。其中非铁金属及合金分析方法是资源库的一部分。其后，从2000～2005年作为科技部重大科技基础专项以及科技基础条件平台建设——我国分析测试体系的建设与完善项目中，又集中了国内主要从事有色金属及非铁合金分析的研究单位和企业，开展了一系列有色金属及非铁合金分析新方法的研究。形成了一系列先进、实用的分析技术和方法。在此基础上，编委会陆续收集到冶金系统各企业、科研院所的诸多研究成果和实用方法，几经反复核定、遴选，形成本卷——《非铁金属及合金分析》推荐方法。

所推荐的技术和方法具有以下特点：

- (1) 可靠性——所推荐的技术和方法均经实际工作考验。
- (2) 可操作性——所推荐的技术和方法操作简便、易掌握。
- (3) 多元性——为便于使用者根据具体情况选择，每一项目均推荐了两种以上的分析技术和方法。
- (4) 先进性——所推荐的技术和方法集中了部分最新研究成果及先进的技术。

为便于使用，将本卷内容按材料类型编为4个分册，分别为：

第一分册《铝镁铍金属及合金分析》

第二分册《镍钴铜金属及合金分析》

第三分册《铅锌锡铋锑金属及合金分析》

第四分册《稀土及贵金属分析》

希望这些推荐技术和方法对厂矿企业、研究院所能有所裨益。虽然我们坚持了可靠性、可操作性、多元性及先进性的原则。但各单位应根据具体情况采用适合本单位的技术和方法。同时，

我们也期望各单位在使用过程中及时反馈问题和意见。更希望积极提供贵单位的研究成果和所采用的行之有效的分析技术和方法,以丰富本卷中的推荐方法,满足我国经济及科学技术迅速发展的需要。

钢铁研究总院、首都钢铁公司冶金研究院、北京矿冶研究总院、北京有色金属研究总院、北京有色金属与稀土应用研究所、包头稀土研究院等单位积极为本卷提供分析方法和研究成果,特此鸣谢。

《非铁金属及合金分析》卷
编委会

《稀土及贵金属分析》前言

本分册内容覆盖了稀土金属及稀土合金、金、银、铂、钯等非铁材料。所提供的推荐方法适用于各种牌号上述合金中化学成分的测定。

稀土金属包括稀土金属中稀土、混合稀土总量及非稀土杂质元素的分析方法,14种纯稀土金属中稀土杂质元素的分析方法。

稀土合金包括磁性材料钕铁硼合金、钕钴合金以及铁合金分卷中未列入的稀土铁合金:镨铁合金、镁基稀土合金的分析方法。

贵金属推荐分析方法包括金及合质金、银及粗银、铂以及钯的推荐分析方法。

1. 金及合质金的分析方法

合质金,即粗金,是经过初步冶炼的尚含有很多其他元素的一种自然金合金,这些元素大部分为伴生矿和废旧金属中所含的各种物质或冶炼所用的金属,一般为银、铜、锌、镍、铋、铅、铋、硒以及汞等。根据国家标准 GB/T 8930—2001 规定,合质金分为4个品级,一般要求测定金、银、铜、铅和汞等5种组分。合质金分析推荐分析方法涉及金、银、铜、铅、汞、锌和钛等7种组分,比国家标准分析方法增加了锌、钛等2个组分的推荐分析方法。

2. 银及粗银的分析方法

银既是重要的贵金属,又是重要的工业原料。根据国家标准 GB 4135—1994,银分为3个品级:Ag-1、Ag-2和Ag-3。根据 GB 11067—1989 的规定,银一般要求测定银、金、铜、铁、铅、铋、铋、碳、硫等9种组分。银的推荐分析方法涉及银、金、铜、铁、铅、铋、铋、碳、硫、铂、钯、铈、砷、汞、锰、钴、镍、锌等18种组分,比

国家标准分析方法增加了铂、钯、铑、砷、汞、锰、钴、镍、锌等 9 种组分的推荐分析方法。

3. 铂及钯的分析方法

根据国家标准 GB 1419—1989,海绵铂分为 3 个品级:HPt-1、HPt-2 和 HPt-3。根据 GB/T 1419—2004 的规定,海绵铂一般需要测定钯、铑、铱、钌、银、铁、镍、铜、铝、镁、锰、锌、硅、铅、金、锡、铋、铬等 18 种组分。本推荐方法涉及钯、铑、铱、钌、银、铁、镍、铜、铝、镁、锰、锌、硅、铅、金、锡、铋、铬、砷、钙等 20 种组分,比国家标准分析方法增加了砷、钙等 2 种组分的推荐分析方法。

根据国家标准 GB 1420—1989,海绵钯分为 3 个品级:HPd-1、HPd-2 和 HPd-3。根据 GB/T 1420—2004 的规定,海绵钯一般需要测定铂、铑、铱、钌、银、铁、镍、铜、铝、镁、锰、锌、硅、铅、金、锡、铋、铬等 18 种组分。本推荐方法涉及铂、铑、铱、钌、银、铁、镍、铜、铝、镁、锰、锌、硅、铅、金、锡、铋、铬、汞等 19 种组分,比国家标准分析方法增加了汞等 1 种组分的推荐分析方法。

本分册所提供的推荐方法适用于各种牌号上述合金中化学成分测定。

目 录

- CSM 12 12 07 01—2009 稀土金属—氮含量的测定—
脉冲惰气熔融—热导法 (1)
- CSM 12 12 08 01—2009 稀土金属—氧含量的测定—
脉冲惰气熔融—红外吸收法 (3)
- CSM 12 12 11 01—2009 稀土金属—钠含量的测定—
火焰原子吸收光谱法 (6)
- CSM 12 12 12 01—2009 稀土金属—镁含量的测定—
火焰原子吸收光谱法 (9)
- CSM 12 12 14 01—2009 稀土金属—硅含量的测定—
硅钼蓝光度法 (12)
- CSM 12 12 15 01—2009 稀土金属—磷含量的测定—
磷钼蓝光度法 (15)
- CSM 12 12 20 01—2009 稀土金属—钙含量的测定—
火焰原子吸收光谱法 (18)
- CSM 12 12 20 02—2009 稀土金属—钙含量的测定—
电感耦合等离子体发射光谱法 (21)
- CSM 12 12 22 01—2009 稀土金属—钛含量的测定—
二安替比林甲烷光度法 (26)
- CSM 12 12 22 02—2009 稀土金属—钛含量的测定—
电感耦合等离子体发射光谱法 (29)
- CSM 12 12 26 01—2009 稀土金属—铁含量的测定—
硫氰酸钾—邻二氮杂菲光度法 (33)
- CSM 12 12 39 01—2009 稀土金属—钇中稀土杂质的
测定—电感耦合等离子体发射光谱法 (36)
- CSM 12 12 39 02—2009 稀土金属—钇中稀土杂质的

测定—电感耦合等离子体质谱法	(42)
CSM 12 12 57 01—2009 稀土金属—镧中稀土杂质的	
测定—电感耦合等离子体发射光谱法	(48)
CSM 12 12 57 02—2009 稀土金属—镧中稀土杂质的	
测定—电感耦合等离子体质谱法	(54)
CSM 12 12 58 01—2009 稀土金属—铈中稀土杂质的	
测定—电感耦合等离子体发射光谱法	(60)
CSM 12 12 58 02—2009 稀土金属—铈中稀土杂质的	
测定—电感耦合等离子体质谱法	(67)
CSM 12 12 59 01—2009 稀土金属—镨中稀土杂质的	
测定—电感耦合等离子体发射光谱法	(75)
CSM 12 12 59 02—2009 稀土金属—镨中稀土杂质的	
测定—电感耦合等离子体质谱法	(83)
CSM 12 12 60 01—2009 稀土金属—钕中稀土杂质的	
测定—电感耦合等离子体发射光谱法	(91)
CSM 12 12 60 02—2009 稀土金属—钕中稀土杂质的	
测定—电感耦合等离子体质谱法	(98)
CSM 12 12 62 01—2009 稀土金属—钐中稀土杂质的	
测定—电感耦合等离子体发射光谱法	(106)
CSM 12 12 62 02—2009 稀土金属—钐中稀土杂质的	
测定—电感耦合等离子体质谱法	(113)
CSM 12 12 63 01—2009 稀土金属—铈中稀土杂质的	
测定—电感耦合等离子体发射光谱法	(121)
CSM 12 12 63 02—2009 稀土金属—铈中稀土杂质的	
测定—电感耦合等离子体质谱法	(127)
CSM 12 12 64 01—2009 稀土金属—钆中稀土杂质的	
测定—电感耦合等离子体发射光谱法	(135)
CSM 12 12 64 02—2009 稀土金属—钆中稀土杂质的	
测定—电感耦合等离子体质谱法	(141)
CSM 12 12 65 01—2009 稀土金属—铽中稀土杂质的	

测定—电感耦合等离子体发射光谱法	(149)
CSM 12 12 65 02—2009 稀土金属—钷中稀土杂质的 测定—电感耦合等离子体质谱法	(155)
CSM 12 12 66 01—2009 稀土金属—镝中稀土杂质的 测定—电感耦合等离子体发射光谱法	(163)
CSM 12 12 66 02—2009 稀土金属—镝中稀土杂质的 测定—电感耦合等离子体质谱法	(170)
CSM 12 12 67 01—2009 稀土金属—钬中稀土杂质的 测定—电感耦合等离子体发射光谱法	(176)
CSM 12 12 67 02—2009 稀土金属—钬中稀土杂质的 测定—电感耦合等离子体质谱法	(182)
CSM 12 12 68 01—2009 稀土金属—铒中稀土杂质的 测定—电感耦合等离子体发射光谱法	(188)
CSM 12 12 68 02—2009 稀土金属—铒中稀土杂质的 测定—电感耦合等离子体质谱法	(194)
CSM 12 12 90 01—2009 稀土金属—钿含量的测定— 偶氮胂Ⅲ光度法	(200)
CSM 12 12 90 02—2009 稀土金属—钿含量的测定— 电感耦合等离子体质谱法	(204)
CSM 12 12 94 01—2009 混合稀土金属—稀土分量的 测定—电感耦合等离子体发射光谱法	(208)
CSM 12 12 94 02—2009 镨钕稀土金属—镨、钕分量的 测定—电感耦合等离子体发射光谱法	(213)
CSM 12 12 94 03—2009 稀土金属—铝、铬、锰、铁、钴、 镍、铜、锌、铅含量的测定—电感耦合等离子体发射 光谱法	(217)
CSM 12 12 94 04—2009 稀土金属—钼、钨含量的测定— 电感耦合等离子体发射光谱法	(223)
CSM 12 12 95 01—2009 稀土金属—铝、铬、锰、钴、镍、	

铜、锌、铅含量的测定—电感耦合等离子体质谱法	(227)
CSM 12 12 95 02—2009 稀土金属—钨、钼含量的测定— 电感耦合等离子体质谱法	(232)
CSM 12 12 97 01—2009 稀土金属—碳、硫量的测定— 高频燃烧-红外吸收法	(236)
CSM 12 13 05 01—2009 钨铁硼合金—硼含量的测定— 强碱分离中和滴定法	(239)
CSM 12 13 05 02—2009 钨铁硼合金—硼含量的测定— 蒸馏分离中和滴定法	(243)
CSM 12 13 05 03—2009 钨铁硼合金—硼含量的测定— 姜黄素光度法	(248)
CSM 12 13 05 04—2009 钨铁硼合金—硼含量的测定— 离子选择电极法	(252)
CSM 12 13 05 05—2009 钨铁硼合金—硼含量的测定— 电感耦合等离子体发射光谱法	(255)
CSM 12 13 06 01—2009 钨铁硼合金—碳含量的测定— 高频燃烧-红外吸收法	(259)
CSM 12 13 08 01—2009 钨铁硼合金—总氧量的测定— 脉冲加热情气熔融-红外吸收法	(262)
CSM 12 13 13 01—2009 钨铁硼合金—铝含量的测定— Zn-EDTA 掩蔽-铬天青 S 光度法	(266)
CSM 12 13 13 02—2009 钨铁硼合金—铝含量的测定— 草酸沉淀分离-铬天青 S 光度法	(270)
CSM 12 13 22 01—2009 钨铁硼合金—钛含量的测定— 二安替比林甲烷光度法	(274)
CSM 12 13 22 02—2009 钨铁硼合金—钛含量的测定— 抗坏血酸-变色酸光度法	(277)
CSM 12 13 25 01—2009 钨铁硼合金—锰含量的测定— 高碘酸盐氧化光度法	(280)

CSM 12 13 25 02—2009	钽铁硼合金—锰含量的测定— 原子吸收光谱法	(283)
CSM 12 13 26 01—2009	钽铁硼合金—铁含量的测定— 三氯化钛还原-重铬酸钾滴定法	(286)
CSM 12 13 26 02—2009	钽铁硼合金—铁含量的测定— SnCl ₂ -HgCl ₂ 还原-重铬酸钾滴定法	(290)
CSM 12 13 26 03—2009	钽铁硼合金—铁含量的测定— 电感耦合等离子体发射光谱法	(293)
CSM 12 13 27 01—2009	钽铁硼合金—钴含量的测定— 亚硝基 R 盐光度法	(297)
CSM 12 13 27 02—2009	钽铁硼合金—钴含量的测定— 4-[(5-氯-吡啶) 偶氮]-1,3-二氨基苯光度法	(301)
CSM 12 13 29 01—2009	钽铁硼合金—铜含量的测定— 双环己酮草酰二脒光度法	(305)
CSM 12 13 29 02—2009	钽铁硼合金—铜含量的测定— 铜试剂光度法	(309)
CSM 12 13 29 03—2009	钽铁硼合金—铜含量的测定— 新亚铜灵-三氯甲烷萃取光度法	(313)
CSM 12 13 29 04—2009	钽铁硼合金—铜含量的测定— 火焰原子吸收光谱法	(317)
CSM 12 13 40 01—2009	钽铁硼合金—锆含量的测定— 偶氮胂Ⅲ直接光度法	(320)
CSM 12 13 40 02—2009	钽铁硼合金—锆含量的测定— 对-溴苦杏仁酸沉淀分离-偶氮胂Ⅲ光度法	(323)
CSM 12 13 41 01—2009	钽铁硼合金—铈含量的测定— 氯磺酚 S 光度法	(327)
CSM 12 13 41 02—2009	钽铁硼合金—铈含量的测定— 阴离子交换-氯磺酚 S 光度法	(331)
CSM 12 13 41 03—2009	钽铁硼合金—铈含量的测定— 二甲酚橙光度法	(336)

CSM 12 13 42 01—2009	钕铁硼合金—钼含量的测定— 氯化亚锡还原-硫氰酸盐光度法	(340)
CSM 12 13 42 02—2009	钕铁硼合金—钼含量的测定— 抗坏血酸还原-硫氰酸盐光度法	(343)
CSM 12 13 42 03—2009	钕铁硼合金—钼含量的测定— 乙酸丁酯萃取-硫氰酸盐光度法	(346)
CSM 12 13 42 04—2009	钕铁硼合金—钼含量的测定— 火焰原子吸收光谱法	(350)
CSM 12 13 60 01—2009	钕铁硼合金—钕含量的测定— 草酸盐沉淀重量法	(354)
CSM 12 13 60 02—2009	钕铁硼合金—钕含量的测定— EDTA 滴定法	(357)
CSM 12 13 60 03—2009	钕铁硼合金—钕含量的测定— 电感耦合等离子体发射光谱法	(360)
CSM 12 13 72 01—2009	钕铁硼合金—钨含量的测定— 电感耦合等离子体发射光谱法	(364)
CSM 12 13 73 01—2009	钕铁硼合金—钽含量的测定— 孔雀绿萃取光度法	(368)
CSM 12 13 73 02—2009	钕铁硼合金—钽含量的测定— 电感耦合等离子体发射光谱法	(372)
CSM 12 13 74 01—2009	钕铁硼合金—钨含量的测定— 硫氰酸盐光度法	(376)
CSM 12 13 74 02—2009	钕铁硼合金—钨含量的测定— 硫氰酸盐-盐酸氯丙嗪三氯甲烷萃取光度法	(379)
CSM 12 13 91 01—2009	钕铁硼合金—稀土总量的测定— 草酸盐沉淀重量法	(383)
CSM 12 13 91 02—2009	钕铁硼合金—稀土总量的测定— EDTA 滴定法	(387)
CSM 12 13 94 01—2009	钕铁硼合金—钕、铁、硼含量的 测定—电感耦合等离子体发射光谱法	(390)

- CSM 12 13 94 02—2009 钹铁硼合金—镨、钆、镱、钆、钷含量的测定—电感耦合等离子体发射光谱法 (394)
- CSM 12 13 94 03—2009 钹铁硼合金—稀土(钹以外)元素含量的测定—电感耦合等离子体发射光谱法 (398)
- CSM 12 13 94 04—2009 钹铁硼合金—铝、钴、铜、钛、锆、铈、钼、钨含量的测定—电感耦合等离子体发射光谱法 (402)
- CSM 12 13 94 05—2009 钹铁硼合金—硼、铝、硅、钴含量的测定—电感耦合等离子体发射光谱法 (407)
- CSM 12 13 94 06—2009 钹铁硼合金—镨、钹、镱含量的测定—电感耦合等离子体发射光谱法 (411)
- CSM 12 13 94 07—2009 钹铁硼合金—镧、铈、钆、钷、钇含量的测定—电感耦合等离子体发射光谱法 (415)
- CSM 12 13 95 01—2009 钹铁硼合金—镧、铈、镨、钆、钇含量的测定—X 射线荧光光谱法 (419)
- CSM 12 13 97 01—2009 钹铁硼合金—碳、硫含量的测定—高频红外吸收法 (424)
- CSM 12 14 08 02—2009 钆钴永磁合金—氧含量的测定—脉冲—红外吸收法 (426)
- CSM 12 14 92 01—2009 钆钴合金—钙、铁含量的测定—原子吸收光谱法 (429)
- CSM 12 14 94 01—2009 钆钴合金—钆、钴、铜、铁、锆含量的测定—电感耦合等离子体发射光谱法 (432)
- CSM 12 14 95 02—2009 钆钴合金—钆、钴含量的测定—X 射线荧光光谱法 (436)
- CSM 12 15 06 01—2009 镱铁合金—碳含量的测定—高频燃烧—红外吸收法 (440)
- CSM 12 15 08 01—2009 镱铁合金—氧含量的测定—脉冲惰气熔融—红外吸收法 (442)