



中华人民共和国国家标准

GB/T 26416.4—2022

代替 GB/T 26416.4—2010

稀土铁合金化学分析方法 第 4 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法

Chemical analysis method for rare earth ferroalloy—
Part 4: Determination of iron content—
Potassium dichromate titration

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 4 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 26416.4—2010《镕铁合金化学分析方法 第 4 部分：铁量的测定 重铬酸钾容量法》，与 GB/T 26416.4—2010 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了测定范围(质量分数)，由“10.00%~30.00%”更改为“10.00%~90.00%”(见第 1 章，2010 年版的第 1 章)；
- b) 更改了方法提要中的部分试剂和材料(见第 4 章，2010 年版的第 2 章)；
- c) 更改了样品制备方法，增加了样品的破碎过程(见第 7 章，2010 年版的第 5 章)；
- d) 更改了试料的称取量，由 5 g 更改为 1.0 g(见 8.1，2010 年版的 6.1)；
- e) 更改了试料的溶解方法，增加了难溶试料的处理步骤(见 8.4.1，2010 年版的 6.4.1)；
- f) 增加了不同铁含量的样品的分取体积(见表 1)；
- g) 更改了试剂的加入顺序(见 8.4.2，2010 年版的 6.4.2、6.4.3)；
- h) 更改了“精密度”，并将“允许差”更改为“再现性”(见第 10 章，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、国合通用测试评价认证股份有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、湖南稀土金属材料研究院有限责任公司、江西南方稀土高技术股份有限公司、淄博加华新材料资源有限公司、天津包钢稀土研究院有限责任公司。

本文件主要起草人：常诚、张翼明、龙旭东、修迎、温斌、龚雪颖、田佳、朱霓、刘荣丽、陈绯宇、刘延谟、荣文娜。

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》等,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、镧铁、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 26416.4 的修订采用重铬酸钾滴定法测定稀土铁合金中铁含量,适用于所有稀土铁合金中铁的含量的测定,铁(Fe)回收率(质量分数)为 98.8%~101.3%,相对标准偏差(RSD)为 0.13%~0.55%,具有方法简便、易操作、测定结果的重复性及再现性好等特点。本文件的精密度数据是在 2020 年由 7 家试验室对 5 个不同铁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铁含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4部分：铁量的测定

重铬酸钾滴定法

1 范围

本文件描述了稀土铁合金(镧铁合金、铈铁合金、钕铁合金、镨铁合金、钆铁合金、钇铁合金、铽铁合金、镱铁合金)中铁含量的测定方法。

本文件适用于稀土铁合金(镧铁合金、铈铁合金、钕铁合金、镨铁合金、钆铁合金、钇铁合金、铽铁合金、镱铁合金)中铁含量的测定,测定范围(质量分数):10.00%~90.00%。

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 方法提要

试料用盐酸加过氧化氢溶解,用氯化亚锡将大部分三价铁还原成二价铁,加入硫磷混酸,以钨酸钠为指示剂,用三氯化钛将剩余三价铁还原成二价至生成“钨蓝”,再滴加重铬酸钾溶液氧化过量的三价铁,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至紫色为终点,计算得出试料中的铁含量。

5 试剂或材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯及以上试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级及以上蒸馏水或去离子水或纯度相当的水,液体试剂均保存于塑料瓶中。优先使用有证标准溶液。

5.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

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

5.3 盐酸(1+9)。

5.4 硫酸(5+95)。

5.5 硫磷混酸(3+3+5):将 300 mL 浓硫酸($\rho=1.84$ g/mL)在不断搅拌下缓慢注入 500 mL 水中,再加入 300 mL 磷酸($\rho=1.70$ g/mL),混匀。