

ICS 77.080.01

CCS H 11



团体标准

T/CSTM 01141—2022

钕铁硼合金 钼含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Neodymium-iron-boron alloy—Determination of molybdenum content
—Flame atomic absorption spectrometric method

2022-12-14 发布

2023-03-14 实施

中关村材料试验技术联盟

发布

前 言

本文件参照 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。

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。

本文件由中国材料与试验标准化委员会综合标准化领域委员会（CSTM/FC99）提出。

本文件由中国材料与试验标准化委员会综合标准化领域委员会（CSTM/FC99）归口。

CSTM标准发布使用

钨铁硼合金 钼含量的测定 火焰原子吸收光谱法

重要提示：使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了用火焰原子吸收光谱法测定钨铁硼合金中钼的含量，包含原理、试剂、仪器、取制样、分析、结果计算、精密度、试验报告。

本文件适用于钨铁硼合金中质量分数为 0.01%~1.00%的钼含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 12805 -2015 实验室玻璃仪器 滴定管

GB/T 12806-2011 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808 -2015 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

3 原理

用盐酸、硝酸分解试料，高氯酸冒烟，制成盐酸试液。将试样溶液吸喷入原子吸收光谱仪的氧化亚氮-乙炔火焰中，用钼空心阴极灯做光源，于波长 313.3nm 处测量钼的吸光度，从校准曲线上查出钼的质量浓度。

4 试剂

4.1 除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.2 盐酸， ρ 约 1.19g/mL。

4.3 硝酸， ρ 约 1.42g/mL。

4.4 高氯酸， ρ 约 1.67g/mL。

4.5 盐酸， ρ 约 1.19g/mL，稀释为 1+1。

4.6 王水，盐酸 + 硝酸=3+1。

4.7 铁溶液, 0.1g/mL

称取 10g 纯铁(质量分数大于 99.95%), 置于 250mL 烧杯中, 加入 40mL 的盐酸(4.5), 予以溶解, 加 5mL 硝酸(4.3) 氧化铁, 加热驱除氮氧化物, 冷却, 移入 100mL 容量瓶中, 用水稀释到刻度, 混匀。此溶液 1mL 含 0.1g 铁。

4.8 氯化铝溶液, 12mg/mL 铝

称取 110g 氯化铝 ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), 置于 100mL 烧杯中, 加 20mL 水, 加热溶解, 将溶液移入 1000mL 容量瓶中, 滴加数滴盐酸, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 12mg 铝。

4.9 钼标准溶液, 100 μg /mL

称取 0.1000g 金属钼(质量分数大于 99.95%), 置于 250mL 烧杯中, 加入 30mL 王水(4.6), 加热溶解, 冷却后, 转移到 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1mL 含 100 μg 钼。

5 仪器

5.1 一般要求

所有玻璃量器皿应符合 GB/T 12805—2015、GB/T 12806—2011 或 GB/T 12808—2015 规定的 A 级。

5.2 火焰原子吸收光谱仪

火焰原子吸收光谱仪, 配备钼空心阴极灯, 备有氧化亚氮-乙炔火焰燃烧器, 附带数据读取系统和背景校正装置。氧化亚氮-乙炔气体应纯净。所用火焰原子吸收光谱仪应满足下列指标:

——灵敏度最低要求: 在与最终试液基体一致的溶液中, 钼的特征浓度小于 0.55 μg /mL;

——最小精密度: 用最高浓度的标准溶液, 测量 10 次吸光度, 计算其平均值和标准偏差。该标准偏差不超过该吸光度平均值的 1.0%; 用最低浓度的标准溶液(不是浓度为零的标准溶液), 测量 10 次吸光度, 计算标准偏差。该标准偏差不超过最高浓度标准溶液吸光度平均值的 0.5%。

5.3 校准曲线的线性

将校准曲线按浓度等分成五段, 最高段吸光度的差值与最低段吸光度的差值之比不小于 0.7。

6 取制样

按 GB/T 4010 或相应的国家标准取制样。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.50g 试样, 精确至 1mg。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 试液制备

将试料置于 200mL 烧杯中，加 10mL 盐酸（4.2），加热溶解，并滴加 2mL 硝酸（4.3）至试料完全溶解。加 5mL 高氯酸（4.4），加热至冒高氯酸烟，取下稍冷。用少量水冲洗杯壁，继续蒸发至呈湿盐状。取下稍冷，加 5mL 盐酸（4.5）和 20mL 水，加热溶解盐类，冷却至室温。

7.3.2 试液稀释

7.3.2.1 钼含量（质量分数）在 0.01 %~0.10 %范围内

将试液（7.3.1）移入 100mL 容量瓶中，加 2mL 氯化铝溶液（4.8），用水稀释至刻度，混匀。

7.3.2.2 钼含量（质量分数）在 >0.10 %~1.0 %范围内

将试液（7.3.1）移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移取 10.00mL 该试液于 100mL 容量瓶中，加入 2.5mL 铁溶液（4.7）、4mL 盐酸（4.5）、2mL 氯化铝溶液（4.8），用水稀释至刻度，混匀。

7.3.3 测量

将试样溶液喷入原子吸收光谱仪的氧化亚氮-乙炔火焰中，于波长 313.3 nm 处，用水调零，测量吸光度。将试样溶液的平均吸光度和空白试验溶液的平均吸光度，从校准曲线上查出相应的钼的质量浓度。

先用浓度最大的钼校准溶液喷测，并调节火焰状态和燃烧器位置，以达到最大吸光度。然后按浓度由低到高的顺序，依次喷入校准溶液和待测试样溶液、空白试验溶液。每一溶液喷测均以水调零，并至少重复喷测两次，记下获得的稳定读数，求得各自的平均吸光度。

7.4 校准曲线的绘制

7.4.1 校准溶液的制备

分取 0、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.50 mL、5.00 mL 钼标准溶液（4.9），分别置于 6 个 100mL 容量瓶中，加入 3.0mL 铁溶液（4.7）、5mL 盐酸（4.8）、2mL 氯化铝溶液（4.8），用水稀释至刻度，混匀。

7.4.2 校准曲线的绘制

将校准溶液喷入原子吸收光谱仪的氧化亚氮-乙炔火焰中，于 313.3nm 波长处，测量钼的吸光度。每一溶液的平均吸光度减去零浓度溶液的平均吸光度为钼的净吸光度。以钼的浓度为横坐标，净吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。

8 结果计算

钼的含量以钼的质量分数 w_{Mo} 计，数值以%表示，按式（1）计算：

$$w_{\text{Mo}} = \frac{(\rho - \rho_0) \times f \times V}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ ——自校准曲线上查得的试样溶液中钼的浓度，单位为微克/毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——自校准曲线上查得的空白溶液中钼的浓度，单位为微克/毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——测量试液的体积，单位为毫升（ mL ）；

f ——稀释倍数；

m ——试料的质量的数值，单位为克（ g ）。

9 精密度

9.1 重复性限和再现性限

重复性限（ r ）、再现性限（ R ）按表 1 给出的方程求得。

表 1 精密度

钼含量（质量分数） %	重复性限 r	再现性限 R
0.01%~1.00	$\lg r = -1.6662 + 0.82481 \lg m$	$\lg R = -1.4246 + 0.6778 \lg m$
注：m为两个测定值的平均值，单位为%（质量分数）。		

9.2 允许差

在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限（ r ），大于（ r ）的情况以不超过5%为前提；

在再现性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（ R ），大于（ R ）的情况以不超过5%为前提。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- 识别样品、实验室及分析日期所需的全部资料；
- 引用本文件所用的方法；
- 结果及表达形式；

- d) 测量过程中观察到的异常现象；
- e) 任何本文件中未规定的操作，或任何可能影响结果的操作；
- f) 试验日期。

CSTM标准发布使用

附录 A
(资料性)
起草单位和主要起草人

本文件起草单位：钢研纳克检测技术股份有限公司，北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司，中关村材料试验技术联盟，首钢冶金研究院，北京钢研检验认证有限公司。

本文件主要起草人：符斌，郑国经，罗倩华，范小芬，陈鸣，唐凌天，李梦琪。

CSTM标准发布使用