

### 钕铁硼合金化学分析方法 第 1 部分：稀土总量的测定 草酸盐重量法

Chemical analysis methods for neodymium iron boron alloy—  
Part 1: Determination of total rare earth content—  
Oxalate gravimetry

中华人民共和国稀土  
行业标准  
钕铁硼合金化学分析方法  
第 1 部分：稀土总量的测定  
草酸盐重量法  
XB/T 617.1—2014

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)  
网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

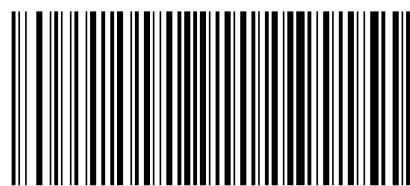
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字  
2015 年 5 月第一版 2015 年 5 月第一次印刷

\*

书号: 155066·2-28649 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



XB/T 617.1—2014

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 2.00 g 钕铁硼试样(第 5 章),精确至 0.000 1 g。

### 6.2 测定次数

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

### 6.3 测定

#### 6.3.1 试料的溶解

将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(3.5),加入 1 mL 过氧化氢(3.4),低温加热至试样溶解清亮后,取下,冷却后,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

#### 6.3.2 沉淀分离

移取 25.00 mL 试液(6.3.1)于 300 mL 聚四氟烧杯中,加入少许纸浆,加入热水至约 100 mL,边搅拌边加入 20 mL 氢氟酸(3.1)。在 90 °C~100 °C 水浴中保温 25 min,取下,冷却至室温。用定量慢速滤纸过滤,用氢氟酸洗液(3.6)洗涤烧杯 2~3 次,用小块滤纸擦净烧杯,将沉淀全部转移至滤纸上,再洗涤沉淀 5~6 次。

将沉淀连同滤纸移入 300 mL 玻璃烧杯中,加入 40 mL 硝酸(3.2),8 mL 高氯酸(3.3),加热至沉淀完全溶解并冒烟至近干。取下,稍冷,加入 5 mL 盐酸(3.5),5 滴过氧化氢(3.4),加热使盐类完全溶解,吹洗杯壁。

加入 100 mL 沸水,加入 50 mL 近沸的草酸溶液(3.7),加入 4~6 滴甲酚红溶液(3.9),用氨水(3.8)调至溶液呈桔黄色(pH 1.8~2.0);再用氨水(3.8)、盐酸(3.5)和精密 pH 试纸(3.11)调节 pH 为 2.0。加热煮沸或于 80 °C~90 °C 保温 40 min,冷却至室温,放置 2 h。用慢速定量滤纸过滤,用草酸洗液(3.10)洗涤烧杯 2~3 次,用小块滤纸擦净烧杯,将沉淀全部转移至滤纸上,洗涤沉淀 8~10 次。

#### 6.3.3 灼烧、恒量

将沉淀连同滤纸放入已于 950 °C 灼烧至质量恒定的铂坩埚(4.4)中,低温加热,将滤纸灰化。

将灰化后的铂坩埚和沉淀于 950 °C 高温炉(4.2)中灼烧 1 h。将铂坩埚及烧成的氧化稀土置于干燥箱(4.3)中,冷却至室温,称其质量。

重复灼烧和称量的操作,直至坩埚连同烧成物的质量恒定。

## 7 分析结果的计算

按式(1)计算稀土总量的质量分数(%):

$$w = \frac{(m_1 - m_2)V_0}{m_0 \cdot V_1} \times k \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_1$ ——铂坩埚及烧成物的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——铂坩埚的质量,单位为克(g);

$V_0$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

## 前 言

XB/T 617《钕铁硼合金化学分析方法》共分为 7 个部分:

——第 1 部分:稀土总量的测定 草酸盐重量法;

——第 2 部分:十五个稀土元素量的测定;

——第 3 部分:硼、铝、铜、钴、镁、硅、钙、钒、铬、锰、镍、锌和镓量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;

——第 4 部分:铁量的测定 重铬酸钾滴定法;

——第 5 部分:锆、铈、钼、钨和钛量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;

——第 6 部分:碳量的测定 高频-红外吸收法;

——第 7 部分:氧、氮量的测定 脉冲-红外吸收法和脉冲-热导法。

本部分为 XB/T 617 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分负责起草单位:北京有色金属研究总院、赣州虔东稀土集团股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分起草单位:北京有色金属研究总院。

本部分参加起草单位:包头稀土研究院、湖南稀土金属材料研究院、赣州艾科锐化工金属材料检测有限公司、北京中科三环高技术股份有限公司、江西金世纪新材料股份有限公司。

本部分主要起草人:刘兵、刘鹏宇。

本部分参加起草人:高立红、曾清、高励珍、范会涛、刘荣丽、姚南红、陈婕、朱霓、俞建苑、田莉、兰涛、杜潇、吴红、田荣花。