

### 钕铁硼合金化学分析方法 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

Chemical analysis methods for neodymium iron boron alloy—  
Part 3: Determination of boron, aluminum, copper, cobalt, magnesium, silicon,  
calcium, vanadium, chromium, manganese, nickel, zinc and gallium contents—  
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

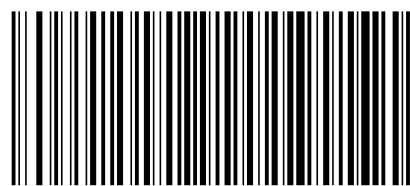
中华人民共和国稀土  
行业标准  
钕铁硼合金化学分析方法  
第3部分：硼、铝、铜、钴、镁、硅、  
钙、钒、铬、锰、镍、锌和镓量的测定  
电感耦合等离子体原子发射光谱法  
XB/T 617.3—2014

\*  
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  
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 0.75 字数 14 千字  
2015年4月第一版 2015年4月第一次印刷

\*  
书号: 155066·2-28647 定价 16.00 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 617.3-2014

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

表 5

元素	含量范围/%	允许差/%
硼	0.80~1.30	0.08
铝、铜、硅、钒、铬、镓	0.010~0.030	0.004
	>0.030~0.10	0.009
	>0.10~0.30	0.03
	>0.30~0.50	0.04
钴、镁、钙、锰、镍、锌	0.005 0~0.010	0.001 0
	>0.010~0.030	0.003
	>0.030~0.10	0.008
	>0.10~0.30	0.02
	>0.30~0.50	0.03
	>0.50~2.00	0.06
	>2.00~5.00	0.20

## 9 质量保证与控制

每周用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时,应首先使用)校核一次本部分分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。

## 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 3 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、北京纳克分析仪器有限公司、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、甘肃稀土新材料股份有限公司。

本部分主要起草人:刘鹏宇、刘冰、鲍叶琳。

本部分参加起草人:于勇海、金斯琴高娃、胡月、周伟、彭霞、温斌、姚南红、祁生平、江媛、俞建苑、田莉、兰涛、杜潇、张海燕。

6.5.3 空白标准系列溶液的配制

分别移取 0 mL、0.25 mL 和 0.50 mL 混合标准溶液 II (3.17)于 3 个 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸、硝酸混合溶液(3.1),以水稀释至刻度,混匀。此标准系列溶液中被测元素的浓度分别为 0 μg/mL、0.25 μg/mL、0.50 μg/mL。

6.6 测定

6.6.1 推荐分析线见表 3。

表 3

元素	谱线/nm	元素	谱线/nm
B	208.889、208.956、249.773	V	311.857、292.401
Al	237.312	Cr	267.716
Cu	324.754、327.395、224.700	Mn	257.610、293.931
Co	228.615、237.862	Ni	231.604、216.555
Mg	279.553、280.270	Zn	213.857、206.200
Si	251.611、288.158、250.699	Ga	294.363
Ca	393.366		

6.6.2 将分析试液(6.4)与标准系列溶液(6.5)同时在等离子体发射光谱仪上进行测定。

7 分析结果的计算

按式(1)计算各元素的质量分数(%):

$$w = \frac{(\rho - \rho_0)V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- ρ ——自工作曲线上查得分析试液(6.4.2)中待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- ρ<sub>0</sub> ——自工作曲线上查得空白溶液中待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V<sub>0</sub> ——试液(6.4.1)总体积,单位为毫升(mL);
- V<sub>2</sub> ——分析试液(6.4.2)的体积,单位为毫升(mL);
- V<sub>1</sub> ——分取试液(6.4.1)的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量,单位为克(g)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%。重复性限(r)按表 4 数据采用线性内插法求得。

**钕铁硼合金化学分析方法**  
**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**

1 范围

XB/T 617 的本部分规定了钕铁硼合金中硼、铝、铜、钴、镁、硅、钙、钒、铬、锰、镍、锌和镓量的测定方法。

本部分适用于钕铁硼合金中硼、铝、铜、钴、镁、硅、钙、钒、铬、锰、镍、锌和镓量的测定,测定范围见表 1。

表 1

元 素	测定范围/%
硼	0.80~1.30
铝、铜、硅、钒、铬、镓	0.010~0.50
镁、钙、锰、镍、锌	0.005 0~0.50
钴	0.005 0~5.00

2 方法原理

试料经酸分解后,用电感耦合等离子体原子发射光谱仪进行测定,以准基体匹配法校正基体效应。

3 试剂和材料

- 3.1 盐酸、硝酸混合溶液(3+1+4)。
- 3.2 硼标准贮存溶液:称取 5.717 4 g 硼酸[w(H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>)≥99.99%]溶于少量水中,低温加热使其完全溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 硼。
- 3.3 铝标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 金属铝[w(Al)≥99.99%]于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,加入 3 g 氢氧化钠,待其溶解完全后,用盐酸(1+1)慢慢中和至出现沉淀,并过量 20 mL,加热使其溶解并不断搅拌,冷却后将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 铝。
- 3.4 铜标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 金属铜[w(Cu)≥99.99%],加入 20 mL 硝酸(1+1),低温加热溶解并蒸发至近干,再加入 10 mL 硫酸(1+1),小心继续蒸发至冒白烟,冷却后加水浸取,待盐类全部溶解,冷却后将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 铜。
- 3.5 钴标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属钴[w(Co)≥99.99%]于烧杯中,加入 50 mL 硝酸(1+1),在水浴上加热溶解,冷却后加入少量水并煮沸,冷却至室温,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钴。