

表 3 (续)

测定元素	质量分数/%	重复性限(<i>r</i>)/%
Nb	0.010	0.002
	0.100	0.008
	0.50	0.04
Mo	0.010	0.001
	0.100	0.006
	0.50	0.03
W	0.010	0.002
	0.100	0.006
	0.50	0.04
Ti	0.010	0.002
	0.100	0.009
	0.50	0.04

注：重复性限(*r*)为 $2.8 \times S_r$, S_r 为重复性标准差。

8.2 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 4 所列的允许差：

表 4

测定元素	质量分数/%	允许差/%
Zr、Nb、Mo、W、Ti	0.010~0.050	0.005
	>0.050~0.10	0.010
	>0.10~0.30	0.03
	>0.30~0.50	0.05

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。



XB/T 617.5-2014

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-28645

定价: 14.00 元

钕铁硼合金化学分析方法
第 5 部分:锆、铌、钼、钨和钛量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法

Chemical analysis methods for neodymium iron boron alloy—
Part 5: Determination of zirconium, niobium, molybdenum, tungsten
and titanium contents—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

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 1 (续)

标液标号	各元素质量浓度/(μg/mL)							
	Fe	Nd	Pr	Mo	W	Nb	Zr	Ti
4	1 750	562.5	187.5	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50
5	1 750	562.5	187.5	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
6	1 750	562.5	187.5	12.50	12.50	12.50	12.50	12.50

6.6 测定

6.6.1 推荐分析线见表 2。

表 2

元素	Zr	Nb	Mo	W	Ti
分析线/nm	343.823	316.340、313.078	281.615、203.844	207.911	336.121、338.376

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 分析结果的计算与表述

按式(1)计算待测元素的质量分数(%):

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

式中:

- ρ——自工作曲线上查得分析试液(6.4)待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- ρ₀——自工作曲线上查得空白试液(6.3)的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V——试液总体积,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 3 数据采用线性内插法求得;超过表 3 含量的测定值,其重复性限(r)用外推法计算求得。

表 3

测定元素	质量分数/%	重复性限(r)/%
Zr	0.010	0.001
	0.100	0.004
	0.50	0.03

中华人民共和国稀土
行业标准
钨铁硼合金化学分析方法
第 5 部分:锆、铌、钼、钨和钛量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
XB/T 617.5—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 0.5 字数 11 千字
2015 年 5 月第一版 2015 年 5 月第一次印刷
*
书号: 155066·2-28645 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

REO)≥99.9%],置于150 mL烧杯中,加10 mL盐酸(3.3),加热溶解,冷却后移入100 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含3.75 mg 锆。

3.13 锆、铈、钼、钨和钛混合标准溶液:分别移取5.00 mL标准贮存溶液(3.5~3.9)至100 mL容量瓶中,加入10 mL硫酸(3.4),以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含50 μg 锆、铈、钼、钨和钛。

3.14 氩气[φ(Ar)≥99.99%]。

4 仪器

电感耦合等离子体发射光谱仪,分辨率<0.006 nm(200 nm处)。

5 试样

取样后立即称量。

6 分析步骤

6.1 试料

称取0.25 g试样(第5章),精确至0.000 1 g。

6.2 测定次数

称取两份试料(6.1)进行平行测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 分析试液的制备

将试料(6.1)置于100 mL烧杯中,加入5 mL硝酸(3.2),低温加热至完全溶解,取下。稍冷后加入10 mL硫酸(3.4),加热至冒白烟,取下,冷却。用20 mL水低温溶解盐类,将溶液移入100 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.5 标准系列溶液的配制

分取5 mL基体溶液(3.10~3.12)于6个100 mL容量瓶中,分别加入0 mL,0.50 mL,2.00 mL,5.00 mL,10.00 mL,25.00 mL的锆、铈、钼、钨和钛混合标准溶液(3.13),加入10 mL硫酸(3.4),以水稀释至刻度,混匀。标准系列溶液的质量浓度见表1。

表 1

标液标号	各元素质量浓度/(μg/mL)							
	Fe	Nd	Pr	Mo	W	Nb	Zr	Ti
1	1 750	562.5	187.5	0	0	0	0	0
2	1 750	562.5	187.5	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
3	1 750	562.5	187.5	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00

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5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:包头稀土研究院。

本部分参加起草单位:北京有色金属研究总院、赣州艾科锐化工金属材料检测有限公司、赣州晨光稀土新材料股份有限公司、钢研纳克检测技术有限公司。

本部分主要起草人:杜梅、刘春、王东杰。

本部分参加起草人:刘鹏宇、温斌、姚南红、刘钧洲、陈燕、谢亚莉、胡月、周伟、彭霞。