

钕铁硼废料化学分析方法 第3部分：硼、钴、铝、铜、铬、镍、 锰、钛、钙、镁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Chemical analysis methods of scraps of neodymium iron boron—
Part 3: Determination of boron, cobalt, aluminum, copper, chromium, nickel,
manganese, titanium, calcium, magnesium contents—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

中华人民共和国稀土
行业标准
钕铁硼废料化学分析方法
第3部分：硼、钴、铝、铜、铬、镍、
锰、钛、钙、镁含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
XB/T 612.3—2013

*
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(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
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
2014年1月第一版 2014年1月第一次印刷

*
书号: 155066·2-26425 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 612.3—2013

2013-04-25 发布

2013-09-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

表 5

元素	质量分数/%	允许差/%
B、Al、Cu、Cr、Ni、Mn、Ti、Ca、Mg、Co	0.01~0.03	0.005
	>0.03~0.05	0.01
	>0.05~0.15	0.02
	>0.15~0.30	0.04
	>0.30~1.00	0.05
	>1.00~2.00	0.20
	>2.00~5.00	0.50

9 质量保证和控制

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)校核一次本标准分析方法的有效性。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 612《钹铁硼废料化学分析方法》分为以下 3 个部分:

- 第 1 部分:稀土氧化物总量的测定 重量法;
- 第 2 部分:十五个稀土元素氧化物配分量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 3 部分:硼、钴、铝、铜、铬、镍、锰、钛、钙、镁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 XB/T 612 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:赣州虔东稀土集团股份有限公司、赣州艾科锐化工金属材料检测有限公司。

本部分参加起草单位:包头稀土研究院、钢研纳克检测技术有限公司、国家钨与稀土产品质量监督检验中心。

本部分主要起草人:姚南红、温斌、祁生平、于勇海、李玉梅、周伟、王义惠、宋晓春、吴希、刘道斌。

6.6 测定

6.6.1 推荐分析线见表 3。

表 3

元素	分析线/nm	元素	分析线/nm
B	249.773	Cr	267.716
	208.959	Ni	231.604
Co	228.616	Mn	257.610
	237.862	Ti	338.376
Cu	224.700	Ca	393.366
	223.008	Mg	279.553
	327.396	—	—
Al	237.312	—	—
	308.215	—	—

6.6.2 将分析试液(6.4.2)与标准系列溶液(6.5)同时进行氩等离子体光谱测定。

7 分析结果的计算

7.1 按式(1)计算炉渣料、块料、干燥粉料中各元素的质量分数(%)：

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

式中：

- Me —— 被测元素；
- ρ —— 自工作曲线上查得分析试液(6.4.2)中各元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- ρ_0 —— 自工作曲线上查得空白溶液(6.3)中各元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- V_0 —— 试液的总体积,单位为毫升(mL)；
- V_2 —— 分取试液(6.4.2)的测定体积,单位为毫升(mL)；
- m —— 试料的质量,单位为克(g)。
- V_1 —— 分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

7.2 按式(2)计算油泥料、潮湿粉料中稀土氧化物总量质量分数(%)：

$$w(\text{REO}) = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- m_1 —— 瓷蒸发皿及灼烧后油料的质量,单位为克(g)；
- m_2 —— 瓷蒸发皿质量,单位为克(g)；
- m_0 —— 油泥料、潮湿粉料灼烧前的质量,单位为克(g)；
- ρ —— 自工作曲线上查得分析试液(6.4.2)中各元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- ρ_0 —— 自工作曲线上查得空白溶液(6.3)中各元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- V_0 —— 试液的总体积,单位为毫升(mL)；

钨铁硼废料化学分析方法 第 3 部分：硼、钴、铝、铜、铬、镍、 锰、钛、钙、镁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

XB/T 612 的本部分规定了钨铁硼废料中硼、钴、铝、铜、铬、镍、锰、钛、钙、镁含量的测定方法。本部分适用于钨铁硼废料中硼、钴、铝、铜、铬、镍、锰、钛、钙、镁含量的测定。测定范围见表 1。

表 1

元素	测定范围/%
B、Al、Cu、Cr、Ni、Mn、Ti、Ca、Mg	0.010~2.00
Co	0.010~5.00

2 方法原理

试样经王水分解,在王水介质中,直接以氩等离子体光源激发,进行光谱测定。

3 试剂和材料

- 3.1 盐酸羟胺:优级纯。
- 3.2 过氧化氢(30%)。
- 3.3 盐酸(1+1)。
- 3.4 硝酸(1+1)。
- 3.5 硫酸(5+95)。
- 3.6 钴标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 金属钴 [$w(\text{Co}) \geq 99.99\%$]于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.4),低温加热溶解至清亮,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 钴。
- 3.7 硼标准贮存溶液:准确称取 5.720 0 g 硼酸(H_3BO_3 ,光谱纯),置于 200 mL 塑料烧杯中,加入 30 mL 水,溶解至清亮,移入 100 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 硼。
- 3.8 铝标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 金属铝箱 [$w(\text{Al}) \geq 99.99\%$](预先用稀盐酸浸泡,经无水乙醇清洗,用红外灯烘干),置于 200 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸(3.3),滴加 2 mL 硝酸(3.4),低温加热溶解至清亮,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 铝。
- 3.9 铜标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 金属铜 [$w(\text{Cu}) \geq 99.99\%$],置于 200 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(3.4),低温加热溶解至清亮,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 铜。
- 3.10 铬标准贮存溶液:准确称取 2.829 0 g 重铬酸钾 [$w(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \geq 99.99\%$](预先经 110 °C 烘干 1 h),