

## **中华人民共和国稀土行业标准**

**XB/T 617.5—2014**

---

### **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.org.cn](http://www.spc.org.cn)

服务热线：400-168-0010

2015年5月第一版

\*

书号：155066·2-28645

版权专有 侵权必究

## 前 言

XB/T 617《钽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、铌、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。

# 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

#### 1 范围

XB/T 617 的本部分规定了钨铁硼合金中锆、铌、钼、钨和钛量的测定方法。

本部分适用于钨铁硼合金中锆、铌、钼、钨和钛量的测定,测定范围为 0.010%~0.50%。

#### 2 方法原理

试样以硝酸、硫酸溶解,在稀酸介质中,以电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定。以基体匹配法校正基体对测定元素的影响。

#### 3 试剂和材料

3.1 氢氟酸( $\rho=1.14$  g/mL)。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 硫酸(1+1)。

3.5 锆标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属锆 [ $w(\text{Zr})\geq 99.99\%$ ]于聚四氟乙烯烧杯中,加入 5 mL 氢氟酸(3.1),加热溶解至清亮,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加 35 mL 氢氟酸(3.1),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锆。保存于塑料瓶中。

3.6 铌标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铌 [ $w(\text{Nb})\geq 99.99\%$ ]于聚四氟乙烯烧杯中,加入 5 mL 氢氟酸(3.1),加热溶解至清亮,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加 35 mL 氢氟酸(3.1),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铌。保存于塑料瓶中。

3.7 钼标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属钼 [ $w(\text{Mo})\geq 99.99\%$ ]于聚四氟乙烯烧杯中,加入 5 mL 氢氟酸(3.1),加热溶解至清亮,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加 35 mL 氢氟酸(3.1),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钼。保存于塑料瓶中。

3.8 钨标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属钨 [ $w(\text{W})\geq 99.99\%$ ]于聚四氟乙烯烧杯中,加入 5 mL 氢氟酸(3.1),加热溶解至清亮,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加 35 mL 氢氟酸(3.1),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钨。保存于塑料瓶中。

3.9 钛标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属钛 [ $w(\text{Ti})\geq 99.99\%$ ]于聚四氟乙烯烧杯中,加入 5 mL 氢氟酸(3.1),加热溶解至清亮,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加 35 mL 氢氟酸(3.1),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钛。保存于塑料瓶中。

3.10 铁基体溶液:称取 5.000 0 g 三氧化二铁 [ $w(\text{Fe}_2\text{O}_3)\geq 99.9\%$ ]置于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(3.3),加热溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 35 mg 铁。

3.11 钨基体溶液:称取 1.312 1 g 在 900 °C 灼烧至恒重的氧化钨 [ $w(\text{REO})\geq 99.0\%$ ,  $w(\text{Nd}_2\text{O}_3/\text{REO})\geq 99.9\%$ ],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 11.25 mg 钨。

3.12 钨基体溶液:称取 0.453 1 g 在 900 °C 灼烧至恒重的氧化钨 [ $w(\text{REO})\geq 99.0\%$ ,  $w(\text{Pr}_6\text{O}_{11}/$