

## 中华人民共和国稀土行业标准

XB/T 617.4—2014

---

### 钕铁硼合金化学分析方法 第 4 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法

Chemical analysis methods of neodymium iron boron alloy—  
Part 4: Determination of iron content—  
The potassium dichromate titrimetry

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

---

## 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、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 4 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、北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分起草单位：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、北京有色金属研究总院、国家钨与稀土产品质量监督检验中心、赣州晨光稀土新材料股份有限公司、赣县红金稀土有限公司。

本部分主要起草人：姚南红、陈婕、朱霓。

本部分参加起草人：郝茜、王素梅、郭昱、陈云红、杨萍、汤洁、韩颖、陈燕、谢亚莉、梁斌、郑玉梅、廖茂倩。

# 钨铁硼合金化学分析方法

## 第4部分:铁量的测定

### 重铬酸钾滴定法

#### 1 范围

XB/T 617 的本部分规定了钨铁硼合金铁含量的测定方法。

本部分适用于钨铁硼合金中铁含量的测定。测定范围为 50.00%~80.00%。

#### 2 方法原理

试料用盐酸分解,以二氯化锡和三氯化钛作联合还原剂,将三价铁还原成二价铁,在硫磷混酸介质中,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准溶液滴定至紫色为终点。

#### 3 试剂和材料

3.1 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL)。

3.2 硫酸( $\rho=1.84$  g/mL)。

3.3 磷酸( $\rho=1.70$  g/mL)。

3.4 盐酸(1+2)。

3.5 盐酸(1+9)。

3.6 二氯化锡溶液(50 g/L):称取 5 g 二氯化锡,溶于 10 mL 盐酸(3.1)中,以水稀释至 100 mL,混匀。

3.7 三氯化钛溶液:将三氯化钛溶液(15%)用盐酸(3.5)稀释 10 倍,用时现配。

3.8 钨酸钠溶液(250 g/L):称取 25 g 钨酸钠溶于适量水中(若浑浊需过滤),加 5 mL 磷酸(3.3),用水稀释至 100 mL,混匀。

3.9 硫磷混酸:将 300 mL 硫酸(3.2)在不断搅拌下缓慢注入 500 mL 水中,加入 300 mL 磷酸(3.3),用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.10 重铬酸钾标准滴定溶液  $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.016\ 67$  mol/L:称取 4.903 0 g 基准重铬酸钾(预先经 150 °C 烘干 1 h 后,置于干燥器中,冷却至室温)置于 500 mL 烧杯中,溶于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.11 重铬酸钾溶液  $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)\approx 0.003\ 0$  mol/L:称取 1.765 1 g 基准重铬酸钾置于 500 mL 烧杯中,溶于水中,移入 2 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.12 二苯胺磺酸钠指示剂(2 g/L),贮存于棕色玻璃瓶中。

#### 4 试样

取样后立即称量。