

XB

中华人民共和国稀土行业标准

XB/T 601.3—2008

六硼化镧化学分析方法 钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

**Chemical analysis methods of lanthanum boride—
Determination of tungsten content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrographic method**

2008-02-01 发布

2008-07-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准分为以下 5 个部分：

XB/T 601.1—2008 六硼化镧化学分析方法 硼量的测定 酸碱滴定法

XB/T 601.2—2008 六硼化镧化学分析方法 铁、钙、镁、铬、锰、铜量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

XB/T 601.3—2008 六硼化镧化学分析方法 钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

XB/T 601.4—2008 六硼化镧化学分析方法 碳量的测定 高频感应燃烧红外线吸收法测定

XB/T 601.5—2008 六硼化镧化学分析方法 酸溶硅量的测定 硅钼蓝分光光度法

本部分为第 3 部分。

本部分由全国稀土标准化技术委员会提出并归口。

本部分由湖南稀土金属材料研究院负责起草。

本部分由包头稀土研究院、北京有色金属研究总院参加起草。

本部分主要起草人：成国庆、刘荣丽、翁国庆。

本部分参加起草人：斯琴高娃、崔爱端、邵荣珍、杨萍。

六硼化镧化学分析方法

钨量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本部分规定了六硼化镧中钨含量的测定方法。

本部分适用于六硼化镧中钨含量的测定。测定范围:0.001 0%~0.10%。

2 方法原理

试样用硝酸溶解,用氢氟酸络合钨,同时分离镧基体,硼酸保留在样品溶液中,用基体匹配法和背景扣除法消除基体的影响,用氩等离子体光谱法测定。

3 试剂

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.3 钨标准贮存溶液:称取 0.126 1 g 三氧化钨($w(\text{WO}_3) > 99.9\%$,经 110℃烘干 1 h),置于 200 mL 烧杯中,加 1 g 氢氧化钠及少许水,加热溶解至清,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 含钨 1.000 mg。保存于塑料瓶中。

3.4 钨标准溶液:移取 10.00 mL 钨标准贮存溶液(3.3)置于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 氢氟酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含钨 100 μg 。保存于塑料瓶中。

3.5 钨标准溶液:移取 10.00 mL 钨标准溶液(3.4)置于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 氢氟酸(3.2);用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含钨 10.0 μg 。保存于塑料瓶中。

3.6 硼酸溶液(50 g/L)。

3.7 氩气:纯度 $>99.99\%$ 。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体发射光谱仪:倒数线色散率不大于 0.25 nm/mm。

4.2 光源:氩等离子体光源。使用功率不大于 2 kW。

5 试样

试样混匀经 105℃~110℃烘干 1 h,在干燥器中冷却至室温立即称量。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.5 g 试样(5),精确到 0.000 1 g。

6.2 测定数量

称取两份试料,平行测定,取其平均值。

6.3 分析试液的制备

将试料(6.1)置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加 5 mL 水将试样润湿。在摇动下慢慢滴加硝酸