

ICS 77.120.99
H 14



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.13—2003

GB/T 12690.13—2003

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 钼、钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法和 电感耦合等离子体质谱法

Chemical analysis methods for non-rare earth impurities of
rare earth metals and their oxides—Determination of
molybdenum and tungsten content—Inductively coupled
plasma atomic emission spectrographic method and
inductively coupled plasma mass spectrum method

中华人民共和国
国家标准
稀土金属及其氧化物中非稀土杂质
化学分析方法 钼、钨量的测定
电感耦合等离子体发射光谱法和
电感耦合等离子体质谱法
GB/T 12690.13—2003

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzchs.com
电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

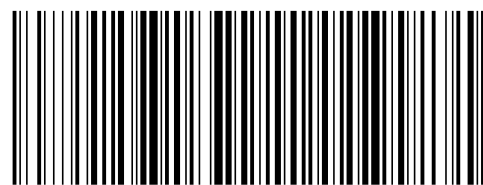
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2004年6月第一版 2004年6月第一次印刷

*
书号:155066·1-20752 定价 10.00 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)68533533



GB/T 12690.13—2003

2003-11-18 发布

2004-06-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本部分是为了满足相应产品标准和市场需要而制定的。本部分采用 2 种分析方法,既电感耦合等离子体发射光谱法及电感耦合等离子体质谱法。

本部分由国家发展计划委员会稀土办公室提出。

本部分由全国稀土标准化技术委员会归口。

本部分由包头稀土研究院起草。

本部分由包钢稀土科技股份有限公司、中核集团公司二〇二厂参加起草。

本部分方法 1 主要起草人:崔爱端、杜梅、刘晓杰。

本部分方法 1 主要验证人:张桂梅、冯海宁、姚南虹。

本部分方法 2 主要起草人:张翼明、许涛、郝冬梅。

本部分方法 2 主要验证人:陈立民、刘新燕。

本部分由全国稀土标准化技术委员会负责解释。

0.1 mg钨。保存于塑料瓶中。

12.7 钼、钨混合标准溶液:分别移取 10.00 mL 钼、钨标准贮存溶液(12.5、12.6)于 100 mL 塑料容量瓶中,用氢氟酸(1+99)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 钼、10 μg 钨。再将此溶液用氢氟酸(1+99)稀释成 1 mL 含 0.5 μg 钼、0.5 μg 钨。

12.8 铯内标溶液:称取 0.127 0 g 氯化铯,加入 10 mL 水及 2 mL 硝酸(12.1),溶解至清,冷却。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铯。再将此溶液用硝酸(1+99)稀释成 1 mL 含 0.25 μg 铯。

12.9 氩气(纯度 $>99.99\%$)。

13 仪器

电感耦合等离子体质谱仪:质量分辨率不低于(0.8 \pm 0.1) Nor。

14 试样

金属试样需去掉表面氧化层,取样后立即称量。

15 分析步骤

15.1 分析试液的制备

称取 1.000 0 g 试样(14)于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 硝酸(12.1),4 滴~5 滴过氧化氢(12.3),于电热板上低温溶解至清,用水稀释至约 80 mL,加热至近沸,加入 5 mL 氢氟酸(12.2),保温 10 min,中间摇动两次,放置冷却至室温。移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。用慢速定量滤纸干过滤。按表 4 分取滤液于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 铯内标溶液(12.8),2.5 mL 硼酸溶液(12.4),用水稀释至刻度,混匀。

表 4

含量(质量分数)范围/%	分取体积/mL
0.001 0~0.010	10.00
$>0.010\sim 0.10$	2.00

15.2 标样溶液的制备

移取 0.00,1.00 mL,10.00 mL,20.00 mL 钼、钨混合标准溶液(12.7)于一组 100 mL 容量瓶中,加入 2.00 mL 铯内标溶液(12.8),1 mL 氢氟酸(12.2),2.5 mL 硼酸溶液(12.4),用水稀释至刻度,混匀。此标样系列的浓度为 0.00,0.005 0 mL,0.050 mL,0.10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

15.3 测定

15.3.1 测定条件:

等离子体光源:功率 1 kW。

氩气流量:冷却气流量 15 L/min;辅助气流量 0.8 L/min;雾化气流量 0.8 L/min。

质谱仪参数:分析室真空(动态)(1.3~1.7) $\times 10^{-5}$ Torr。

测量参数:测量方式为峰跳式;重复次数:2;每峰采样点:2;试液提升率:1.0 mL/min。

15.3.2 测量同位素与线性范围:

Mo 98;线性范围($\mu\text{g}/\text{mL}$):0~0.10 内标 Cs 133

W 184;线性范围($\mu\text{g}/\text{mL}$):0~0.10 内标 Cs 133

16 分析结果的计算

将标样溶液(15.2)的浓度直接输入计算机,用内标法校正非谱干扰并输出分析试液(15.1)中钼、钨

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 钼、钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法和 电感耦合等离子体质谱法

方法 1

1 范围

本方法规定了金属钼、金属铈、金属镨、金属钆、金属钷、金属钆、金属钷、金属钆、金属铽、金属镱、金属铕、钨含量的测定方法。

本方法适用于金属钼、金属铈、金属镨、金属钆、金属钷、金属钆、金属钷、金属钆、金属铽、金属镱、金属铕、钨含量的测定。测定范围(质量分数):钼 0.010%~0.50%;钨 0.010%~0.50%。

2 方法原理

试料用硝酸、氢氟酸溶解,同时分离稀土基体,氩等离子光谱法测定。

3 试剂和材料

3.1 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

3.2 氢氟酸($\rho 1.14 \text{ g/mL}$)。

3.3 钼标准贮存溶液:称取 0.150 0 g 三氧化钼(MoO_3 ,纯度 $>99.9\%$,经 110 $^{\circ}\text{C}$ 烘干 1 h),用 5 mL 氨水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钼。保存于塑料瓶中。

3.4 钨标准贮存溶液:称取 0.126 1 g 三氧化钨(WO_3 ,纯度 $>99.9\%$,经 110 $^{\circ}\text{C}$ 烘干 1 h),用 1 g 氢氧化钠及少许水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钨。保存于塑料瓶中。

3.5 钼、钨混合标准溶液:移取 5.00 mL 钼标准溶液(3.3),5.00 mL 钨标准溶液(3.4)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 50 μg 钼、50 μg 钨。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

全谱直读电感耦合等离子体光谱仪:分辨率 200 nm 为 0.005 nm,400 nm 为 0.009 nm。

5 试样

将试样去掉表面氧化层,取样后立即称量。

6 分析步骤

6.1 分析试液的制备

6.1.1 称取 1.000 0 g 试样(5)于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入少许水及 10 mL 硝酸(3.1),加热溶