



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.5—2003

GB/T 12690.5—2003

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 铝、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、铅的测定 电感耦合等离子体发射光谱法(方法 1) 钴、锰、铅、镍、铜、锌、铝、铬的测定 电感耦合等离子体质谱法(方法 2)

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
铝、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、铅的测定
电感耦合等离子体发射光谱法(方法 1)
钴、锰、铅、镍、铜、锌、铝、铬的测定
电感耦合等离子体质谱法(方法 2)
GB/T 12690.5—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.bzcb.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 1 字数 24 千字
2004 年 6 月第一版 2004 年 6 月第一次印刷

*
书号: 155066·1-20744 定价 12.00 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 12690.5—2003

Chemical analysis methods for
non-rare earth impurities of rare earth metals and their oxides—
Determination of Al, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Pb content
by inductively coupled plasma atomic emission spectrographic method and
Determination of Co, Mn, Pb, Ni, Cu, Zn, Al, Cr content
by inductively coupled plasma mass spectrum method

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

计算机计算、校正并输出空白试验(15.1)溶液和分析试液(15.2)中待测元素的浓度。按式(2)计算被测元素的质量分数,数值以%表示:

$$w(X) = \frac{k(c - c_0)V_2V_0 \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- w(X)——试料中被测元素的氧化物或金属的质量分数(%);
- c——计算机输出的分析试液(15.2)中待测元素的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- c₀——计算机输出的空白试验(15.1)溶液中待测元素的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V₂——分析试液(15.2)的体积,单位为毫升(mL);
- V₀——试液总体积,单位为毫升(mL);
- m——试料的质量,单位为克(g);
- V₁——分取试液的体积,单位为毫升(mL);
- k——各元素氧化物与其单质的换算系数(计算金属含量时,k=1),见表10。

表 10

元素	Co (Co ₂ O ₃)	Mn (MnO ₂)	Pb (PbO)	Ni (NiO)	Cu (CuO)	Zn (ZnO)	Al (Al ₂ O ₃)	Cr (Cr ₂ O ₃)
k	1.407 2	1.582 5	1.077 2	1.272 6	1.251 8	1.244 7	1.889 5	1.461 6

17 精密度

17.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按表11数据采用线性内插法求得;超过表11中含量的测定值,其重复性限(r)用外推法计算求得。

表 11

元素	氧化物质量分数/%	重复性限(r)/%	元素	氧化物质量分数/%	重复性限(r)/%
氧化钴	0.000 5	0.000 1	氧化铜	0.000 3	0.000 1
	0.014	0.000 6		0.004 4	0.000 3
	0.032	0.001 7		0.019	0.001 1
氧化锰	0.000 4	0.000 1	氧化锌	<0.000 5	0.000 2
	0.011	0.000 9		0.013	0.001 0
	0.018	0.000 9		0.020	0.001 3
氧化铅	0.001 2	0.000 2	氧化铝	0.005 3	0.000 9
	0.010	0.000 6		0.016	0.001 1
	0.047	0.004 0		0.025	0.003 1
氧化镍	0.000 4	0.000 1	氧化铬	0.000 6	0.000 2
	0.014	0.001 0		0.016	0.001 1
	0.027	0.003 1		0.035	0.004 1

注:重复性限(r)为 2.8×s_r,s_r 为重复性标准差。

17.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表12所列允许差。

前 言

本标准是在 GB/T 8762.4—1988、GB/T 8762.6—1988、GB/T 11074.4—1989、GB/T 12690.14—1990、GB/T 12690.19—1990、GB/T 12690.24—1990 的基础上进行修订的,修订后的标准采用 2 种分析方法。电感耦合等离子体发射光谱法测定铝、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、铅含量及电感耦合等离子体质谱法测定除铁外的其余 8 种非稀土杂质含量。

本标准由国家发展计划委员会稀土办公室提出。

本标准由全国稀土标准化技术委员会归口。

本标准方法 1 由上海跃龙新材料股份有限公司起草。

本标准方法 1 由江西南方稀土高技术股份有限公司、宜兴新威利成稀土有限公司参加起草。

本标准方法 1 主要起草人:封望亭、张晓明、谈世群、吴克平、张飞。

本标准方法 1 主要验证人:张少夫、许彩云。

本标准方法 2 由北京有色金属研究总院起草。

本标准方法 2 由江阴加华新材料资源有限公司、包头稀土研究院参加起草。

本标准方法 2 主要起草人:刘鹏宇、刘冰、杨萍、陈云红。

本标准方法 2 主要验证人:何凤娟、张恣、曹勇钢、张翼明、郝冬梅。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 8762.4—1988、GB/T 8762.6—1988;

——GB/T 11074.4—1989;

——GB/T 12690.14—1990、GB/T 12690.19—1990、GB/T 12690.24—1990。

水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 锰。再将此溶液用硫酸(5+95)稀释成 1 mL 含 1 μg 和 1 mL 含 0.1 μg 锰的标准溶液。

12.14 铅标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 金属铅(纯度 $>99.9\%$)于烧杯中,加 30 mL 硝酸(12.7)溶解,待完全溶解后,加热除去二氧化氮,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 铅。再将此溶液用硝酸(5+95)稀释成 1 mL 含 1 μg 和 1 mL 含 0.1 μg 铅的标准溶液。

12.15 镍标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 金属镍(纯度 $>99.9\%$)于烧杯中,加入 15 mL 硝酸(12.7),在水浴上加热溶解,然后加入 2 mL 硫酸(12.8),继续加热蒸干直至硫酸白烟冒尽,取下冷却,加入 150 mL 水和 5 mL 硫酸(12.8)浸出,加热使盐类溶解,冷却后将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 镍。再将此溶液用硝酸(5+95)稀释成 1 mL 含 1 μg 和 1 mL 含 0.1 μg 镍的标准溶液。

12.16 铜标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 金属铜(纯度 $>99.9\%$),加入 20 mL 硝酸(12.7),低温加热溶解并蒸发至近干,再加入 10 mL 硫酸(12.8),小心继续蒸发至冒白烟,冷却后加水浸取,待盐类全部溶解,冷却后将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 铜。再将此溶液用硫酸(5+95)稀释成 1 mL 含 1 μg 和 1 mL 含 0.1 μg 铜的标准溶液。

12.17 锌标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 金属锌(纯度 $>99.9\%$)于 300 mL 烧杯中,加入 30 mL~40 mL 盐酸(12.10),待其溶解完全后,加热煮沸几分钟,冷却后将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 锌。再将此溶液用盐酸(5+95)稀释成 1 mL 含 1 μg 和 1 mL 含 0.1 μg 锌的标准溶液。

12.18 铝标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 金属铝(纯度 $>99.9\%$)于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,加入 3 g 氢氧化钠(12.1),待其溶解完全后用盐酸(12.10)慢慢中和至出现沉淀,并过量 20 mL,加热使其溶解并不断搅拌,冷却后将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 铝。再将此溶液用盐酸(5+95)稀释成 1 mL 含 1 μg 和 1 mL 含 0.1 μg 铝的标准溶液。

12.19 铬标准贮存溶液:准确称取 3.734 9 g 铬酸钾(优级纯,预先在 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘烤至约 1 h,经冷却后使用),溶于少量水后,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 铬。再将此溶液稀释成 1 mL 含 1 μg 和 1 mL 含 0.1 μg 铬的标准溶液。

12.20 铟内标贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 金属铟(纯度 $>99.9\%$)于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL~30 mL 盐酸(12.10),置于水浴上加热使其完全溶解,冷却后将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 铟。再将此溶液用盐酸(5+95)稀释成 1 mL 含 1 μg 铟的内标溶液。

12.21 铯内标贮存溶液:准确称取 1.2667 5 g 氯化铯(优级纯,在 110 $^{\circ}\text{C}$ 烘干过),溶于少量水后,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 铯。再将此溶液稀释成 1 mL 含 1 μg 铯的内标溶液。

12.22 氙气(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

14.1 氧化物试样于 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h,置于干燥器中,冷却至室温,立即称量。

14.2 金属试样去掉氧化层,取样后,立即称量。

15 分析步骤

15.1 空白试验

随同试料做空白试验。

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质

化学分析方法

铝、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、铅的测定

电感耦合等离子体发射光谱法(方法 1)

钴、锰、铅、镍、铜、锌、铝、铬的测定

电感耦合等离子体质谱法(方法 2)

方法 1

1 范围

本方法规定了稀土氧化物中氧化铝、氧化铬、氧化锰、氧化铁、氧化钴、氧化镍、氧化铜、氧化锌和氧化铅含量的测定方法。

本方法适用于稀土氧化物中氧化铝、氧化铬、氧化锰、氧化铁、氧化钴、氧化镍、氧化铜、氧化锌和氧化铅量的测定。

本方法也适用于稀土金属中金属铝、金属铬、金属锰、金属铁、金属钴、金属镍、金属铜、金属锌和金属铅的含量测定。测定范围见表 1。

表 1

氧化物	氧化物质量分数/%	氧化物	氧化物质量分数/%
氧化铝	0.010 0~0.100 0	氧化镍	0.005 0~0.100 0
氧化铬	0.005 0~0.100 0	氧化铜	0.002 0~0.100 0
氧化锰	0.001 0~0.100 0	氧化锌	0.001 0~0.100 0
氧化铁	0.005 0~1.200 0	氧化铅	0.005 0~0.100 0
氧化钴	0.002 0~0.100 0	—	—

2 方法原理

试样以硝酸溶解,在稀硝酸介质中直接以氙等离子体光源激发,进行光谱测定。

3 试剂

除非另有规定均使用二次蒸馏水。

3.1 过氧化氢(30%)。

3.2 盐酸(1+1),优级纯。

3.3 硝酸(1+1),优级纯。

3.4 盐酸羟胺,优级纯。

3.5 三氧化二铝标准贮存溶液:称取 0.529 4 g 金属铝箔(纯度 $\geq 99.9\%$)(预先用稀盐酸浸泡,经无水乙醇清洗,用红外灯烘干)于 200 mL 烧杯中,加 50 mL 盐酸(3.2)溶解。冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 三氧化二铝。再将此溶液用盐酸(5+95)稀释成