



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.12—2003
代替 GB/T 12690.15—1990

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 钍量的测定 偶氮胂Ⅲ分光光度法和 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
thorium content—Arsenazo Ⅲ spectrophotometric
method and 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

前 言

本标准是在 GB/T 12690.15—1990 的基础上进行修订的,修订后的标准采用 2 种分析方法。方法 1 仍采用偶氮胂Ⅲ分光光度法,方法 2 采用电感耦合等离子体质谱法。

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 由北京有色金属研究总院起草。

本标准方法 1 主要起草人:杨萍、刘文华、姜维军、陈云红。

本标准方法 2 由包头稀土研究院起草。

本标准方法 2 由中核集团公司 202 厂、江阴加华新材料资源有限公司参加起草。

本标准方法 2 主要起草人:郝冬梅、许涛、张翼明。

本标准方法 2 主要验证人:刘新燕、何凤娟、张恣。

本标准由全国稀土标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 12690.15—1990。

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 钍量的测定 偶氮胂Ⅲ分光光度法和 电感耦合等离子体质谱法

方法 1

1 范围

本方法规定了稀土金属及其氧化物中钍含量的测定方法。

本方法适用于稀土金属及其氧化物中钍含量的测定。测定范围(质量分数):0.000 1%~0.10%。

2 方法原理

试样以盐酸溶解,在 pH 为 2 的稀盐酸介质中,用 PMBP-乙酸丁酯溶液萃取钍以分离稀土元素。用 6 mol/L 盐酸反萃取钍,于分光光度计波长 650 nm 处测定钍与偶氮胂Ⅲ络合物的吸光度。

3 试剂和材料

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.4 过氧化氢(30%)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 盐酸(1+49)。

3.7 氨水(1+9)。

3.8 1-苯基-3-甲基-4-苯甲酰基-吡唑酮-5(PMBP)-乙酸丁酯溶液(10 g/L):称取 5 g PMBP,加 500 mL 乙酸丁酯溶解。

3.9 氯乙酸缓冲溶液:称取 87 g 氯乙酸,加 1 L 水溶解,用盐酸(3.5)和氨水(3.7)调节 pH 为 2.0(精密 pH 试纸)。

3.10 钍标准贮存溶液:称取 0.113 8 g 经 110℃ 烘干并置于干燥器中冷却至室温的二氧化钍于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.5),1 滴氢氟酸(1+9),低温加热至溶解完全并蒸发至 1 mL 左右。加 5 mL 盐酸(3.5)继续蒸发至 1 mL 左右。重复操作一次以赶尽氟离子。冷却至室温。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸(3.6)定容,混匀。此溶液浓度为 1 mL 含 100 μ g 钍。

3.11 钍标准溶液:移取 10 mL 钍标准贮存溶液(3.10)于 500 mL 容量瓶中,用盐酸(3.6)稀释至刻度,混匀。此溶液浓度为 1 mL 含 2 μ g 钍。

3.12 偶氮胂Ⅲ溶液(1 g/L)。

3.13 甲酚红溶液(1 g/L)。

4 仪器

分光光度计。