



中华人民共和国国家标准

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

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。

本部分由包钢稀土高科技股份有限公司、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。

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

本方法规定了金属镧、金属铈、金属镨、金属钕、金属钐、金属铕、金属钆、金属铽、金属镝、金属钇中钼、钨含量的测定方法。

本方法适用于金属镧、金属铈、金属镨、金属钕、金属钐、金属铕、金属钆、金属铽、金属镝、金属钇中钼、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(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.3 钼标准贮存溶液:称取 0.150 0 g 三氧化钼(MoO₃,纯度>99.9%),经 110℃ 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(WO₃,纯度>99.9%),经 110℃ 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 μ g 钼、50 μ g 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