



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.6—2003
代替GB/T 12690.20—1990
GB/T 11074.3—1989

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 铁量的测定 硫氰酸钾、1,10-二氮杂菲分光光度法

Chemical analysis methods for
non-rare earth impurities of rare earth metals and their oxides
—Determination of iron content
—Kalium thiocyanate, 1,10-phenanthroline spectrophotometric 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 11074.3—1989 及 GB/T 12690.20—1990 的基础上进行修订的。修订后的标准规范了标准格式并增加了重复性试验。

本标准由国家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。

本标准由上海跃龙新材料股份有限公司起草。

本标准起草人：吴克平、王金伟、陆世鑫。

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 11074.3—1989、GB/T 12690.20—1990。

**稀土金属及其氧化物中非稀土杂质
化学分析方法
铁量的测定
硫氰酸钾、1,10-二氮杂菲分光光度法**

1 范围

本部分规定了稀土金属及其氧化物中铁含量的测定方法。

本部分适用于稀土金属及其氧化物中铁含量的测定。测定范围(质量分数):0.000 1%~0.005 0%。

2 方法原理

试样用盐酸或硝酸溶解,在微酸性介质中,铁与硫氰酸钾、1,10-二氮杂菲形成紫红色三元络合物,用甲基异丁基酮萃取该络合物,于分光光度计波长 520 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 甲基异丁基酮。

3.2 过氧化氢(30%)。

3.3 盐酸(1+1),优级纯。

3.4 硝酸(1+1),优级纯。

3.5 硫氰酸钾溶液(500 g/L)。

3.6 1,10-二氮杂菲乙醇溶液(2.5 g/L):称取 0.25 g 1,10-二氮杂菲溶解于 100 mL 乙醇中。

3.7 铁标准贮存溶液:准确称取 0.100 0 g 铁(纯度 99.9%)于 150 mL 烧杯中,加 30 mL 盐酸(3.3),低温加热溶解,冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 铁。

3.8 铁标准溶液:移取 10.00 mL 铁标准贮存溶液(3.7)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 1 μ g 铁。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

5.1 试样经 900℃ 预灼烧 1 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

5.2 金属试样需去掉表面氧化层,取样后立即称样。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样(5),精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。