



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.14—2006

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 钛量的测定

Chemical analysis methods of non-rare earth impurities
in rare earth metals and their oxides—
Determination of titanium in rare earth metals

2006-04-13 发布

2006-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本部分首次发布。

两个方法分析范围有重叠部分时,以方法 2 作为仲裁方法。

本部分由国家发展和改革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并负责解释。

本部分由北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法 1 由包头稀土研究院起草。

本部分方法 1 由北京有色金属研究总院、江西南方稀土高技术股份有限公司参加起草。

本部分方法 1 主要起草人:崔爱端、杜梅。

本部分方法 1 主要验证人:刘鹏宇、刘鸿、钟道国。

本部分方法 2 由包头稀土研究院起草。

本部分方法 2 由北京有色金属研究总院、江西南方稀土高技术股份有限公司参加起草。

本部分方法 2 主要起草人:刘晓杰、许涛。

本部分方法 2 主要验证人:杨萍、邝静。

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 钛量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法(方法 1)

1 范围

本方法规定了单一稀土金属及混合稀土金属中钛含量的测定方法。

本方法适用于单一稀土金属及混合稀土金属中钛含量的测定。测定范围:0.005 0%~0.50%。

2 方法原理

试料经硝酸溶解,氢氟酸分离稀土同时络合钛,直接以等离子光谱仪进行测定。

3 试剂

3.1 焦硫酸钾。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.5 硼酸溶液(50 g/L)。

3.6 硫酸溶液(5%)。

3.7 钛标准贮存溶液:称取 0.166 9 g 氧化钛(TiO_2 , >99.99%, 105℃烘 1 h)于铂坩埚中,加入 4 g 焦硫酸钾(3.1),于 650℃~700℃熔融 10 min(中间摇一次),取下冷却,用硫酸溶液(3.6)浸取,移入至 200 mL 容量瓶中,用硫酸溶液(3.6)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 500 μg 钛。

3.8 钛标准溶液:移取 10 mL 钛标准贮存溶液(3.7)于 250 mL 容量瓶中,加入 25 mL 盐酸(3.4),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 钛。

3.9 氩气(纯度>99.99%)。

4 仪器与设备

4.1 电感耦合等离子体光谱仪。

4.2 光源:氩等离子体光源,使用功率不大于 1.75 kW。

5 试样

将试样去掉氧化层,制成屑状,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),置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,缓慢加入 5 mL 硝酸(3.2),待溶解后,加入 50 mL 水,加热至沸。滴加 2 mL 氢氟酸(3.3),边加热边搅动,至沸。保温 10 min,放置冷却,移入至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。待沉淀完全后,用两张慢速滤纸干过滤。