



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.18—2017

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学 分析方法 第 18 部分：锆量的测定

Chemical analysis methods for non-rare earth impurity of rare earth metals and
their oxides—Part 18: Determination of zirconium content

2017-10-14 发布

2018-05-01 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

GB/T 12690《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法》共分为 18 个部分：

- 第 1 部分：碳、硫量的测定 高频-红外吸收法；
- 第 2 部分：稀土氧化物中灼减量的测定 重量法；
- 第 3 部分：稀土氧化物中水分量的测定 重量法；
- 第 4 部分：氧、氮量的测定 脉冲-红外吸收法和脉冲-热导法；
- 第 5 部分：钴、锰、铅、镍、铜、锌、铝、铬、镁、镉、钒、铁量的测定；
- 第 6 部分：铁量的测定 硫氰酸钾、1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 7 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 8 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：氯量的测定 硝酸银比浊法；
- 第 10 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 11 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：钪量的测定；
- 第 13 部分：钼、钨量的测定；
- 第 14 部分：钛量的测定；
- 第 15 部分：钙量的测定；
- 第 16 部分：氟量的测定 离子选择性电极法；
- 第 17 部分：稀土金属中铈、钽量的测定；
- 第 18 部分：锆量的测定。

本部分为 GB/T 12690 的第 18 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)提出并归口。

本部分起草单位：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、包头稀土研究院、江阴加华新材料股份有限公司、赣州晨光稀土新材料股份有限公司、江西金世纪新材料股份有限公司、虔东稀土集团股份有限公司。

本部分主要起草人：鲍叶琳、刘鹏宇、邵荣珍、刘兵、周凯红、赵静、李建亭、赵萍红、张蕊、陈燕、刘平、谢亚莉、谢宝平、田荣花、温斌、姚南红、刘竹英。

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学 分析方法 第 18 部分：锆量的测定

1 范围

GB/T 12690 的本部分规定了稀土金属及其氧化物中锆含量的测定方法。

本部分适用于稀土金属及其氧化物中锆含量的测定,包含两个方法,方法 1 电感耦合等离子体发射光谱法,方法 2 电感耦合等离子体质谱法。方法 1 的测定范围: $>0.010\% \sim 0.20\%$;方法 2 的测定范围: $0.000\ 5\% \sim 0.010\%$ 。

2 方法 1 电感耦合等离子体发射光谱法

2.1 方法原理

试料以硝酸、硫酸溶解,在稀酸介质中,以电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定。以基体匹配法校正基体对测定元素的影响。

2.2 试剂和材料

2.2.1 过氧化氢(30%)。

2.2.2 硝酸(1+1)。

2.2.3 硫酸(1+1)。

2.2.4 锆标准贮存溶液:准确称取 1.000 0 g 金属锆[$w(\text{Zr}) \geq 99.9\%$]于聚四氟乙烯烧杯中,加入 20 mL 水,加入 3 mL 氢氟酸($\rho = 1.14 \text{ g/mL}$),加热,并滴加少量硝酸(2.2.2),直至完全溶解。煮沸溶液后,取下烧杯,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以硝酸(1+19)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锆。

2.2.5 锆标准溶液:移取 10.00 mL 锆标准贮存溶液(2.2.4)于 200 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(2.2.2),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 锆。

2.2.6 稀土基体溶液:称取 1.000 0 g 经 950 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的单一稀土氧化物[$w(\text{REO}) \geq 99.5\%$,稀土相对纯度 $\geq 99.9\%$, $w(\text{Zr}) < 0.001\%$],置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(2.2.2),低温加热至溶解完全,取下冷却。移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 单一稀土氧化物。

2.2.7 氩气[$\varphi(\text{Ar}) \geq 99.99\%$]。

2.3 仪器设备

电感耦合等离子体光谱仪:分辨率 $<0.006 \text{ nm}$ (200 nm 处)。

2.4 试样

2.4.1 稀土氧化物试样的制备:于 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘干 1 h,置于干燥器中,冷却至室温。

2.4.2 稀土金属试样的制备:去掉表面氧化层,取样后,立即称量。

2.5 分析步骤

2.5.1 试料

称取 0.10 g 试样(2.4),精确至 0.000 1 g。