



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.6—2017
代替 GB/T 12690.6—2003

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 第6部分：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 impurity of
rare earth metals and their oxides—
Part 6: Determination of iron content—
Kslium thiocyanate, 1,10-Phenanthroline spectrophotometric method

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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
稀土金属及其氧化物中非稀土杂质
化学分析方法
第 6 部分：铁量的测定
硫氰酸钾、1,10-二氮杂菲分光光度法
GB/T 12690.6—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址：www.spc.org.cn

服务热线：400-168-0010

2017 年 10 月第一版

*

书号：155066·1-58004

版权专有 侵权必究

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 6 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 12690.6—2003《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》。

本部分与 GB/T 12690.6—2003 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了试样预热条件，由 900 °C 预干燥 1 h 变为在干燥箱内 105 °C 烘 1 h；
- 修改了重复性和允许差。

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：江阴加华新材料资源有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所、虔东稀土集团股份有限公司、包头稀土研究院、赣州晨光稀土新材料股份有限公司。

本部分主要起草人：姚京璧、朱红春、郑杏琴、温斌、陈燕、于亚辉、姚南红、朱霓、郭永娇、董涛、刘平、谢国华、谭巧珍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 12690.6—2003。GB/T 12690.6—2003 由 GB/T 11074.3—1989 及 GB/T 12690.20—1990 合并而来。

**稀土金属及其氧化物中非稀土杂质
化学分析方法
第6部分:铁量的测定
硫氰酸钾、1,10-二氮杂菲分光光度法**

1 范围

GB/T 12690 的本部分规定了稀土金属及其氧化物中铁量的测定方法。

本部分适用于稀土金属及其氧化物中铁量的测定。测定范围:0.000 1%~0.005 0%。

2 方法提要

试料用盐酸或硝酸溶解,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 过氧化氢(30%)。

3.2 甲基异丁基酮。

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(99.9%)于 150 mL 烧杯中,加 30 mL 盐酸(3.3),低温加热至溶解完全,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 100 μg 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 μg 铁。

4 仪器

分光光度计。

5 试料

5.1 试样在干燥箱内于 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘 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。