

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。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

表 1

铁含量(质量分数)/ %	试料/ g	试液总体积/ mL	移取试液体积/ mL	补加盐酸(3.3)体积/ mL
0.000 1~0.000 5	1.000 0		全量	0
>0.000 5~0.002 5	1.000 0	100.00	20.00	2.00
>0.002 5~0.005 0	0.500 0	100.00	20.00	2.00

6.4.1 按表 1 将(除氧化铈外)的试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 盐酸(3.3),低温加热至溶解完全,冷却至室温,按表 1 移入容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 按表 1 将(氧化铈)试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 硝酸(3.4),滴加过氧化氢(3.2),低温加热至溶解完全并蒸至溶液呈黄色,不再有小气泡出现。冷却至室温,按表 1 移入容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.3 按表 1 将溶液(6.4.1 或 6.4.2)移入 60 mL 分液漏斗中,补加盐酸(3.3),混匀。加 2 mL 硫氰酸钾溶液(3.5),2.00 mL 1,10-二氮杂菲乙醇溶液(3.6),混匀。加 5.00 mL 甲基异丁基酮(3.1),振荡 1 min,静置分层,弃去水相。

6.4.4 移取部分有机相溶液(6.4.3)于 1 cm 吸收池中,以试料空白溶液为参比,于分光光度计波长 520 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查得相应的铁量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铁标准溶液(3.8)分别置于一组 60 mL 分液漏斗中,以水稀释至约 20 mL。加 2 mL 盐酸(3.3),混匀。加 2 mL 硫氰酸钾溶液(3.5),2.00 mL 1,10-二氮杂菲乙醇溶液(3.6),依次混匀。加 5.00 mL 甲基异丁基酮(3.1),振荡 1 min,静置分层,弃去水相。

6.5.2 移取部分有机相溶液(6.5.1)于 1 cm 吸收池中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长 520 nm 处测量其吸光度。以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

7.1 按式(1)计算稀土金属中铁的质量分数,数值以%表示:

$$w(\text{Fe}) = \frac{m_1 \cdot V \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——自工作曲线上查得的铁量,单位为微克(μg);
- V ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——移取试液体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量,单位为克(g)。

7.2 按式(2)计算稀土氧化物中氧化铁的质量分数,数值以%表示:

$$w(\text{Fe}_2\text{O}_3) = w(\text{Fe}) \times 1.430 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $w(\text{Fe})$ ——由 7.1 条求得铁的质量分数,%;
- 1.430——由铁量换算成三氧化二铁量的系数。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值的范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按表2数据采用线性内插法求得。

表 2

铁含量(质量分数)/%	重复性限(r)/%
0.000 2	0.000 06
0.002 5	0.000 3
0.005 0	0.000 5
注:重复性限(r)为 $2.8 \times s_r$, s_r 为重复性标准差。	

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列允许差。

表 3

铁含量(质量分数)/%	允许差/%
0.000 1~0.000 8	0.000 1
>0.000 8~0.001 6	0.000 2
>0.001 6~0.0003 0	0.000 3
>0.003 0~0.005 0	0.000 5

9 质量保证和控制

每周用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时,应首先使用)校核一次本标准分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。