



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.17—2010

---

## 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 第 17 部分：稀土金属中铌、钽量的测定

Chemical analysis methods of non-rare earth impurities  
in rare earth metals and the oxides—  
Part 17: Determination of niobium and tantalum contents of rare earth metals

2011-01-14 发布

2011-11-01 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 17 个部分：

- 第 1 部分：碳、硫量的测定 高频红外法；
- 第 2 部分：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：铝、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、铅量的测定；
- 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：钨、钼量的测定；
- 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。

本部分为第 17 部分。

本部分两个方法的测定范围出现重叠时，以方法 2 作为仲裁方法。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

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 由北京有色金属研究总院起草。

本部分方法 1 由包头稀土研究院、内蒙古包钢稀土(集团)高科技股份有限公司参加起草。

本部分方法 1 主要起草人：刘鹏宇、邵荣珍、刘兵。

本部分方法 1 参加起草人：李玉梅、金斯琴高娃、杨春红、魏小欧、曹俊杰。

本部分方法 2 由北京有色金属研究总院起草。

本部分方法 2 由包头稀土研究院、内蒙古包钢稀土(集团)高科技股份有限公司参加起草。

本部分方法 2 主要起草人：刘鹏宇、邵荣珍、刘兵。

本部分方法 2 参加起草人：杜梅、包春香、常瑞敏、张桂梅。

# 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法

## 第 17 部分：稀土金属中铌、钽量的测定

### 方法 1 电感耦合等离子体发射光谱法

#### 1 范围

GB/T 12690 的本部分方法 1 规定了单一稀土金属中铌、钽含量的测定方法。

本部分方法 1 适用于单一稀土金属中铌、钽含量的测定。测定范围：铌 0.010%~0.50%；钽 0.020%~0.50%。

#### 2 方法原理

试料用硝酸、氢氟酸溶解，分离稀土基体后，进行氦等离子光谱法测定。

#### 3 试剂和材料

3.1 氢氟酸( $\rho$ 1.14 g/mL)。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 硼酸溶液(100 g/L)。

3.4 铌标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 金属铌[ $w(\text{Nb})\geq 99.99\%$ ]于聚四氟乙烯烧杯中，加入 5 mL 氢氟酸(3.1)，加热溶解至清亮，冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中，补加 35 mL 氢氟酸(3.1)，稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铌。保存于塑料瓶中。

3.5 钽标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 金属钽[ $w(\text{Ta})\geq 99.99\%$ ]于聚四氟乙烯烧杯中，加入 5 mL 氢氟酸(3.1)，加热溶解至清亮，冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中，补加 35 mL 氢氟酸(3.1)，稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钽。保存于塑料瓶中。

3.6 混合标准溶液：移取 5 mL 铌标准贮存溶液(3.4)，5 mL 钽标准贮存溶液(3.5)于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 氢氟酸(3.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50  $\mu\text{g}$  铌、50  $\mu\text{g}$  钽。保存于塑料瓶中。

3.7 氦气[ $w(\text{Ar})\geq 99.99\%$ ]。

#### 4 仪器

4.1 电感耦合等离子体光谱仪，分辨率 $<0.006$  nm(200 nm 处)。

4.2 光源：氦等离子体光源。

#### 5 试样

将试样去掉表面氧化层，取样后立即称量。