



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.10—2003  
代替 GB/T 12690.21—1990

---

## 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 磷量的测定 钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods for  
non-rare earth impurities of rare earth metals and their oxides  
—Determination of phosphorus content  
by molybdenum blue spectrophotometric method

2003-11-18 发布

2004-06-01 实施

---

中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

## 前 言

本标准是为了满足相应产品标准和市场需要而修订的。

本标准与 GB/T 12690.21—1990 相比,主要有以下变动:

本标准测定稀土金属中磷量时,用硝酸溶解样品,高氯酸冒烟,盐酸介质中显色,而 GB/T 12690.21—1990 用盐酸溶解样品。

本标准由国家发展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。

本标准由包头稀土研究院起草。

本标准主要起草人:郝茜、陈一南。

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 12690.21—1990。

# 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法

## 磷量的测定 钼蓝分光光度法

### 1 范围

本部分规定了稀土金属及其氧化物中磷含量的测定方法。

本部分适用于稀土金属及其氧化物中磷含量的测定。测定范围(质量分数):0.001 0%~0.010 0%。

### 2 方法原理

试料用盐酸或硝酸和高氯酸溶解,在0.31 mol/L~0.48 mol/L盐酸介质中,磷与铈、钼酸铵生成杂多酸,用抗坏血酸还原为铈磷钼蓝络合物,于分光光度计波长690 nm处测量其吸光度。

### 3 试剂

- 3.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。
- 3.2 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。
- 3.3 过氧化氢(30%)。
- 3.4 盐酸(1+1)。
- 3.5 盐酸(1+2)。
- 3.6 盐酸(1+10)。
- 3.7 硝酸(1+1)。
- 3.8 氨水(1+10)。
- 3.9 钼酸铵溶液(40 g/L),高纯。
- 3.10 酒石酸铈钾溶液(3 g/L)。
- 3.11 抗坏血酸溶液(20 g/L),用时配制。
- 3.12 淀粉溶液(10 g/L),用时配制。
- 3.13 对硝基酚溶液(10 g/L)。
- 3.14 磷标准贮存溶液:称取0.439 3 g磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ,纯度>99.9%,105℃~110℃烘干1 h。)于烧杯中,加水溶解,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100  $\mu\text{g}$ 磷。
- 3.15 磷标准溶液:移取20.00 mL磷标准贮存溶液(3.14)于1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含2  $\mu\text{g}$ 磷。

### 4 仪器

分光光度计。

### 5 试样

- 5.1 氧化物试样于900℃灼烧1 h,冷却后称量。
- 5.2 金属试样需去掉表面氧化层,取样后立即称量。