



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.8—2003
代替 GB/T 12690.26—1990

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 钠量的测定 火焰原子吸收光谱法

Chemical analysis methods for
non-rare earth impurities of rare earth metals and their oxides
—Determination of sodium content
—Flame atomic absorption spectrometric 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

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
钠量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 12690.8—2003

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.bzeps.com>

电话:63787337、63787447

2004年5月第一版 2004年11月电子版制作

*

书号: 155066·1-20747

如有排版错误 由本社负责解决
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准是为了满足相应产品标准的需要而修订的。

本标准与 GB/T 12690.26—1990 相比,主要有如下变动:

——本标准的精密度采用重复性和允许差来表示,而 GB/T 12690.26—1990 只采用允许差来表示;

——取消了 GB/T 12690.26—1990 中的“附加说明”部分。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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。

本标准由北京有色金属研究总院起草。

本标准主要起草人:杨萍、王桂芬、陈云红、刘鹏宇。

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 12690.26—1990。

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法

钠量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了稀土金属及其氧化物中钠含量的测定方法。

本部分适用于稀土金属及其氧化物中钠含量的测定。测定范围(质量分数):0.000 5%~0.025 0%。

2 方法原理

试样以硝酸溶解,在稀硝酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 589.0 nm 处测量钠的吸光度。用标准加入法计算钠的含量。

3 试剂和材料

3.1 过氧化氢(30%)。

3.2 硝酸(1+1),优级纯。

3.3 草酸(50 g/L),优级纯。

3.4 钠标准贮存溶液:称取 2.542 1 g 经 400℃~450℃灼烧到无爆裂声的氯化钠(优级纯)于 500 mL 烧杯中,加 200 mL 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 1 mg 钠。

3.5 钠标准溶液:移取 10.00 mL 钠标准贮存溶液(3.4)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 钠。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附钠空心阴极灯。

在仪器最佳条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

——特征浓度:在与测量样品溶液的基体相一致的溶液中,钠的特征浓度不大于 0.006 2 μg/mL。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差不得超过平均吸光度 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是零标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.7。

——仪器工作条件见附录 A(资料性附录)。

5 试样

5.1 将氧化物试样于 900℃灼烧 1 h,置于干燥器中,冷却至室温。

5.2 金属试样需去掉表面氧化层。取样后,立即称量。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试料,精确至 0.000 1 g。