



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.12—2024

代替 GB/T 12690.12—2003

## 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 第 12 部分：钍、铀量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Chemical analysis methods for non-rare earth impurities of rare earth metals  
and their oxides—Part 12: Determination of thorium and uranium contents—  
Inductively coupled plasma mass spectrum method

2024-04-25 发布

2024-11-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 12690《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法》的第 12 部分。GB/T 12690 已经发布了以下部分：

- 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；
- 第 8 部分：钠量的测定；
- 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：钆量的测定 偶氮胂Ⅲ 分光光度法和电感耦合等离子体质谱法；
- 第 13 部分：钼、钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法；
- 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、钪量的测定；
- 第 18 部分：锆量的测定；
- 第 19 部分：砷、汞量的测定。

本部分代替 GB/T 12690.12—2003《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第 12 部分：钆量的测定 偶氮胂Ⅲ 分光光度法和电感耦合等离子体质谱法》，与 GB/T 12690.12—2003 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 删除了方法 1“偶氮胂Ⅲ分光光度法”；
- b) 更改了方法 2 的测定范围，钆量的测定范围由“0.000 1%~0.010%”更改为“0.000 05%~0.020%”；增加了铈量的测定范围“0.000 05%~0.020%”（见第 1 章，2003 年版的第 10 章）；
- c) 增加了“规范性引用文件”“术语和定义”（见第 2 章、第 3 章）；
- d) 增加了对分析中试剂和用水的说明（见第 5 章）；
- e) 更改了仪器设备的具体要求（见第 6 章，2003 年版的第 13 章）；
- f) 更改了样品的预处理条件（见 7.1，2003 年版的 14.1）；
- g) 更改了试料的预处理的称取量（见 8.1，2003 年版的 15.2）；
- h) 更改了系列标准溶液的配制（见 8.4，2003 年版的 15.3）；
- i) 更改了分析试液的制备（见 8.5，2003 年版的 15.2）；
- j) 增加了标准曲线的绘制（见 8.6.1）；
- k) 更改了试验数据处理的计算公式（见第 9 章，2003 年版的第 16 章）；

1) 删除了质量保证和控制(见 2003 年版的第 18 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)提出并归口。

本文件起草单位:江西省钨与稀土产品质量监督检验中心、湖南稀土金属材料研究院有限责任公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、包头稀土研究院、定南大华新材料资源有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、全南县新资源稀土有限责任公司。

本文件主要起草人:徐娜、孙娜、曾庆平、陈荣、王贵超、王金凤、王宝华、张曼宁、温斌、张鹏、陈添连、常诚、陈燕、曹娅娟、王寿虹。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为:

——1990 年首次发布为 GB/T 12690.12—1990,2003 年第一次修订;

——本次为第二次修订。

## 引 言

在稀土产品化学成分分析领域,我国已经建立了针对稀土总量、非稀土杂质、稀土杂质等检测的较为全面的标准体系。GB/T 12690《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法》以原标准GB/T 12690.12~26—1990《稀土金属及其氧化物化学分析方法》为基础,合并了GB/T 8762.3—1988《荧光级氧化钇中酸溶性二氧化硅量测定 钼蓝分光光度法》、GB/T 8762.4—1988《荧光级氧化钇中氧化铁、氧化铅、氧化镍和氧化铜量测定 发射光谱法》、GB/T 8762.6—1988《荧光级氧化钇中氧化铅、氧化镍、氧化铁和氧化铜量测定 发射光谱法》、GB/T 11074.3~7—1989《氧化钐化学分析方法》等标准,最后形成对所有稀土金属及其氧化物中非稀土杂质的综合分析标准。经整合后的系列方法标准引用了先进的检测方法,并基本覆盖了全部稀土金属及其稀土氧化物基体,为稀土金属及其氧化物中非稀土杂质含量的测定提供了快捷、准确的方法规范,具有良好的操作性。

根据检测对象、检测方法的不同以及各稀土金属与稀土氧化物基体的差异等,GB/T 12690 由20个部分构成:

- 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;
- 第8部分:钠量的测定;
- 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:钍、铀量的测定 电感耦合等离子体质谱法;
- 第13部分:钼、钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法;
- 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;
- 第19部分:砷、汞量的测定;
- 第20部分:稀土氧化物中微量和痕量氟、氯的测定 离子色谱法。

上述各个部分标准按稀土金属及其氧化物生产与贸易中常规的检测元素依次设立,各部分包括一种或多种检测方法,分别明确适用范围、试剂材料与试验设备的选择,规范试验步骤,并经过多家实验室多次试验和验证给出精密度数据,为稀土金属及其氧化物品质核查建立严谨、规范的标准工作基础。

稀土矿多为伴生放射性矿种,在其开发利用、制备成多种稀土产品的过程中,伴生矿中的天然放射性物质也将被迁移和重新分布。ICP-MS以其所需样品少、检测限低、测量速度快、可进行多元素同时分析的优点,已被越来越多地应用于痕量核素分析中。本文件利用ICP-MS,通过大量条件试验、规范检测过程中的各个细节,建立了规范、易操作、准确性高的检测标准。

# 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 第12部分：钪、铈量的测定 电感耦合等离子体质谱法

警示——使用本文件的实验室应配备铅桶用于存储样品。本文件并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本文件描述了稀土金属及其氧化物中钪、铈量的测定方法。

本文件适用于稀土金属及其氧化物中钪、铈量的测定。测定范围(质量分数)：钪量 0.000 05%~0.020%；铈量 0.000 05%~0.020%。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

JJF 1159 四极杆电感耦合等离子体质谱仪校准规范

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 方法提要

试料经硝酸分解，在稀硝酸介质中，以氦等离子体为离子源，直接进行质谱测定，以内标法校正仪器漂移和基体效应等影响测定的因素。

## 5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上试剂和符合实验室 GB/T 6682 规定的二级水。液体试剂均保存于塑料瓶中，优先使用有证标准溶液。

5.1 过氧化氢[ $w(\text{H}_2\text{O}_2) \geq 30\%$ ]。

5.2 氢氟酸(1+9)。

5.3 硝酸(1+1)。

5.4 硝酸(2+98)。

5.5 钪标准溶液( $\rho = 1\ 000\ \mu\text{g}/\text{mL}$ )：有证标准溶液。