



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.11—2003  
代替 GB/T 12690.25—1990

---

## 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 镁量的测定 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 magnesium 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 镁量的测定  
火焰原子吸收光谱法  
GB/T 12690.11—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6月第一版 2004年11月电子版制作

\*

书号: 155066·1-20750

版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533

## 前 言

本部分是为了满足相应产品标准的需要而修订。

本部分与 GB/T 12690.25—1990 相比,主要有以下变动:

本部分的精密度采用重复性和允许差表示,而 GB/T 12690.25—1990 只采用允许差来表示。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由国家发展计划委员会稀土办公室提出。

本部分由全国稀土标准化技术委员会归口。

本部分由江西金世纪新材料股份有限公司起草。

本部分主要起草人:陈晓红、吕善刚。

本部分由全国稀土标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 12690.25—1990。

# 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 镁量的测定 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镁含量的测定方法。

本部分适用于稀土金属及其氧化物中镁含量的测定,测定范围(质量分数):0.000 5%~0.300%。

## 2 方法原理

试样经盐酸或硝酸溶解,在稀酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处测定镁的吸光度,用标准加入法计算镁含量。

## 3 试剂

3.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

3.2 过氧化氢(30%)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 镁标准贮存溶液:称取 0.414 6 g 氧化镁(于 800℃ 预灼烧至恒重,置于干燥器中,冷却至室温)于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.3),加热至溶解完全,冷却至室温。移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 500  $\mu$ g 镁。

3.5 镁标准溶液:移取 25.00 mL 镁标准贮存溶液(3.4)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 25  $\mu$ g 镁。

## 4 仪器

原子吸收光谱仪,附镁空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

——特征浓度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,镁的特征浓度应不大于 0.005 5  $\mu$ g/mL。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 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浓度标准溶液平均吸光度的 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 氧化物试样需经 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 称取试料,精确至 0.000 1 g。