



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.8—2021

代替 GB/T 12690.8—2003

## 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 第 8 部分：钠量的测定

Chemical analysis methods for non-rare earth impurities of rare earth metals and  
their oxides—Part 8: Determination of sodium content

2021-10-11 发布

2022-05-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

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  
第 8 部分：钠量的测定  
GB/T 12690.8—2021

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址: [www.spc.org.cn](http://www.spc.org.cn)

服务热线: 400-168-0010

2021 年 10 月第一版

\*

书号: 155066 · 1-68648

版权专有 侵权必究

## 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 8 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：钪量的测定 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、钽量的测定；
- 第 18 部分：锆量的测定；
- 第 19 部分：砷、汞量的测定。

本文件代替 GB/T 12690.8—2003《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》，与 GB/T 12690.8—2003 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了钠含量的测定范围，由“0.000 5%~0.025%”更改为“火焰原子吸收光谱法测定范围：0.000 5%~0.025%；电感耦合等离子体发射光谱法测定范围：0.010%~0.20%；电感耦合等离子体质谱法测定范围：0.000 5%~0.025%”（见第 1 章，2003 年版的第 1 章）；
- b) 增加了“规范性引用文件”“术语和定义”两章（见第 2 章、第 3 章）；
- c) 增加了电感耦合等离子体发射光谱法（见第 5 章）；
- d) 增加了电感耦合等离子体质谱法（见第 6 章）；
- e) 更改了“精密度”，将“允许差”更改为“再现性”（见 4.7.2，2003 年版的 8.2）；
- f) 删除了质量保证和控制（见 2003 年版的第 9 章）；
- g) 删除了仪器工作条件（见 2003 年版的附录 A）。

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：国合通用测试评价认证股份公司、国标(北京)检验认证有限公司、四川省乐山锐

丰冶金有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、国家钨与稀土产品质量监督检验中心、中国科学院海西研究院厦门稀土材料研究所、赣州有色冶金研究所、中化地质矿山总局浙江地质勘查院、虔东稀土集团股份有限公司、中国北方稀土(集团)高科技股份有限公司、江阴加华新材料资源有限公司、赣州湛海新材料科技有限公司。

本文件主要起草人:墨淑敏、胡梦桥、李爱嫦、邓楠、鲍叶琳、王长华、李佑有、王金凤、陈文、宋立军、李娜、陈雄飞、谢璐、陈文梅、温斌、董三力、姚京璧、罗威、王长娇、王宝华、吴正雨、张其凯、杨峰、潘燕云、王现利、林英。

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 12690.26—1990,2003年第一次修订为 GB/T 12690.8—2003;
- 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。本标准系列 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《荧光级氧化钬中氧化铅、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方法标准。经修订的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。本系列方法标准的建立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。

本次修订本文件增加了电感耦合等离子体发射光谱法(见第 5 章)、电感耦合等离子体质谱法(见第 6 章),确保了标准方法的先进性和适用性,同时通过多家实验室试验、验证,修改“允许差”条款为“再现性”条款,在标准中给出了至少覆盖高、中、低 3 点的重复性、再线性限值,使方法的精密度要求更趋于完善。

# 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 第 8 部分：钠量的测定

## 1 范围

本文件规定了稀土金属及其氧化物中钠含量的测定方法。

本文件适用于稀土金属及其氧化物中钠含量的测定,包含火焰原子吸收光谱法(方法 1)、电感耦合等离子体发射光谱法(方法 2)和电感耦合等离子体质谱法(方法 3)。火焰原子吸收光谱法测定范围(质量分数):0.000 5%~0.025%;电感耦合等离子体发射光谱法测定范围(质量分数):0.010%~0.20%;电感耦合等离子体质谱法测定范围(质量分数):0.000 5%~0.025%。

当本文件 3 个方法的分析范围出现重叠时,首选方法 1 作为仲裁方法。

## 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 火焰原子吸收光谱法(方法 1)

### 4.1 方法原理

试料以硝酸溶解,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。

### 4.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯及以上试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.2.1 过氧化氢(30%)。

4.2.2 硝酸(1+1)。

4.2.3 草酸( $\rho=50$  g/L)。

4.2.4 钠标准贮存溶液:称取 2.542 1 g 经 400 °C~450 °C 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。

4.2.5 钠标准溶液:移取 10.00 mL 钠标准贮存溶液(4.2.4)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu$ g 钠。