

附录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

使用下列型号原子吸收分光光度仪测量钠元素参考工作条件如表 A.1。

表 A.1

仪器型号	波长/nm	灯电流/mA	单色器通带/nm	燃烧器高度/mm	空气流量/(L/min)	乙炔流量/(L/min)
WFX-IB	589.0	3.0	0.2	10	6~7	1.0
P-E3030	589.0	10	0.2	10	—	—
AA670	589.0	3.0	0.3	5	8	1.0



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



GB/T 12690.8—2003

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-20747

定价: 8.00 元

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

$$w(\text{Na}_2\text{O}) = w(\text{Na}) \times 1.348 \dots\dots\dots(2)$$

式中：
 $w(\text{Na})$ ——由 7.1 条求得的钠的质量分数，%；
 1.348——由钠量换成氧化钠量的系数。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过 5%，重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得；含量超过 0.006 9%的结果，其重复性限(r)用外推法计算求得。

表 2

钠含量(质量分数)/%	重复性限(r)/%
0.000 78	0.000 39
0.002 5	0.000 18
0.006 9	0.000 69

注：重复性限(r)为 $2.8 \times s_r$ ， s_r 为重复性标准差。

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

钠含量(质量分数)/%	允许差/%
0.000 5~0.001 0	0.000 4
>0.001 0~0.002 0	0.000 5
>0.002 0~0.005 0	0.000 8
>0.005 0~0.015 0	0.002 0
>0.015 0~0.025 0	0.002 5

9 质量保证和控制

每周用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时，应首先使用)校核一次本标准分析方法的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误，重新进行校核。

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
 北京复兴门外三里河北街 16 号
 邮政编码:100045
 网址 www.bzcb.com
 电话:68523946 68517548
 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
 各地新华书店经销

*
 开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
 2004 年 5 月第一版 2004 年 5 月第一次印刷

*
 书号: 155066·1-20747 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
 版权专有 侵权必究
 举报电话:(010)68533533

表 1

试料	钠含量(质量分数)/%	试料/g	溶样加入硝酸(4.2)/mL	溶样加入过氧化氢(4.1)/mL	试液总体积/mL	移取试液体积/mL
非二氧化铈	0.000 5~0.002 0	2.000 0	10	0	25	5
	>0.002 0~0.008 0	0.500 0	5	0	25	5
	>0.008 0~0.025	0.200 0	5	0	25	5
二氧化铈	0.000 5~0.002 0	2.000 0	15	5	200	20
	>0.002 0~0.008 0	0.500 0	10	5	200	20
	>0.008 0~0.025	0.200 0	5	2.5	200	20

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试样做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 试料的溶解

6.4.1.1 将(除二氧化铈外)试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,按表 1 加入硝酸(3.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温。将试液移入 25 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.1.2 将(二氧化铈)试料(6.1)置于 100 mL 聚四氟乙烯杯中,按表 1 加入硝酸(3.2)和过氧化氢(3.1),低温加热溶解完全并蒸发至体积小于 1 mL,移入 200 mL 烧杯中。加入 50 mL 水,加热煮沸,加 50 mL 近沸的草酸溶液(3.3),冷却至室温。将溶液过滤至 200 mL 容量瓶中(用水洗烧杯和沉淀 5 次~6 次),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 工作曲线的绘制与测定

6.4.2.1 按表 1 移取 4 份试液(6.4.1.1 或 6.4.1.2)于一组 25 mL 容量瓶中,分别加入 0,0.50 mL,1.00 mL,1.50 mL 钠标准溶液(3.5),加入 1 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2.2 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。以钠浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准加入曲线,用外推法从加入曲线上求出试液(6.4.1.1 或 6.4.1.2)的钠浓度。

7 分析结果的计算

7.1 按式(1)计算稀土金属中钠的质量分数,数值以%表示:

$$w(\text{Na}) = \frac{(c - c_0) \cdot V_2 \cdot V \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——由标准加入法求得的被测溶液的钠含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

c_0 ——由标准加入法求得的试料空白溶液的钠含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——被测溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

7.2 按式(2)计算稀土氧化物中钠的质量分数,数值以%表示:

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。