

CCCCS

**发布**

**国家市场监督管理总局**

**国家标准化管理委员会**

**202X-XX-XX 实施**

**202X-XX-XX发布**

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质

化学分析方法 第11部分：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- Part 11:Determination of magnesium content

—Flame atomic absorption spectrometric method

(送审稿）

**GB/T12960.11—202X**

代替GB/T 12690.11-2003

**中华人民共和国国家标准**

ICS 77.120.99

CCS H 14

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11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：钍量的测定 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：稀土金属中铌、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 12690.11―2003 《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》。与GB/T 12690.11―2003 相比，除结构调整和编辑性修改外，主要技术变化如下：

1. 增加了“规范性引用文件”“术语和定义”两章（见第2章、第3章）；
2. 增加了对分析中试剂和用水的说明（见第5章）；

c) 更改了镁标准溶液的浓度，将“镁标准溶液：1 mL含25 μg镁”更改为“镁标准溶液：1 mL含5.0 μg镁和1 mL含1.5 μg镁”（见5.5、5.6，2003年版的3.5）；

### d）更改了方法的前处理条件，将“氧化物试样需经900 ℃预灼烧1 h”更改为“直接称取样品”“烘箱中105 ℃烘1 h，于干燥器中冷却至室温，立即称量”和“在马弗炉中950 ℃灼烧1 h，于干燥器中冷却至室温，立即称量”；将“金属试样需去掉表面氧化层，取样后立即称样”更改为“除金属铈、金属镧铈外的其他金属样品去掉表面氧化层，取样后，立即称量”和“ 金属铈、金属镧铈应去除表皮0.5 mm～1.0 mm钻屑，然后慢速钻取样品，立即封装，防止氧化，取样后，立即称量”（见7.1、7.2，2003年版的5.1、5.2）；

### e) 更改被测元素的进样浓度（见 8.1，2003年版的6.1）；

f) 增加了标准曲线法（见 8.4.2.2）；

g）更改“精密度”，将“允许差”更改为“再现性”（见10.3 ,2003年版的8.2）；

h) 删除了质量保证和控制（见2003年版的第9章）；

i）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：江阴加华新材料资源有限公司、中稀（凉山）稀土有限公司、国家钨与稀土产品质量监督检验中心、定南大华新材料资源有限公司、国瑞科创稀土功能材料（赣州）有限公司、包头市三隆稀有金属材料有限责任公司、包头市宏博特科技有限公司。

本文件主要起草人：

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 12690.25-1990，2003年第一次修订为GB/T 12690.11-2003；

——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。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《荧光级氧化铕中氧化铅、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19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：稀土金属中铌、钽量的测定；

――第18部分：锆量的测定；

――第19部分：砷、汞量的测定。

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一次设立，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，规范实验步骤，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、规范的标准化工作基础。

本次针对《第11部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法》修订，增加了标准曲线法，根据镁含量的高低分别采用标准曲线法和标准加入法测定，确保了标准方法的先进性，增强了标准的适用性。同时通过多家实验室试验、验证，修订了“允许差”条款为“再现性”条款，在标准中给出了覆盖高、中、低点的重复性、再现性限值，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11部分：镁量的测定

 火焰原子吸收光谱法

# 1 范围

本文件描述了稀土金属及其氧化物中镁含量的测定方法。

本文件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）：0.0005%～0.30%。

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 6379.2　测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）　第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

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

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285.2nm处测量镁的吸光度，用标准加入法或标准曲线法计算镁的含量。

5 试剂或材料

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符合GB/T 6682 规定的二级水及以上蒸馏水或相当纯度的水，优先使用有证标准溶液。

5.1 过氧化氢 [*w*（H2O2）≥30%]。

5.2 盐酸 （1+1）。

### 5.3 硝酸 （1+1）。

5.4 镁标准贮存溶液:称取0.4146 g经800 0C灼烧至恒重的氧化镁[*w*（MgO）≥99.95%]于100 mL烧杯中,加10 mL水，10 mL盐酸(5.2)加热溶解。煮沸除尽二氧化碳,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 μg镁。

5.5 镁标准溶液:移取5.00 mL镁标准贮存溶液(5.4)于500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含5.0 μg镁。

5.6 镁标准溶液:移取3.00 mL镁标准贮存溶液(5.4)于1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1.5 μg镁。

6 仪器设备

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：在与测量样品溶液的基体相一致的溶液中,镁的特征浓度应不大于 0.0055 μg/mL。

――精密度：用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度,其标准偏差应不超过吸光度平均值的1.0 %；用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度溶液)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。

7 样品

### 7.1 稀土氧化物样品通常可有如下3种方式：

### a)原样测定镁量：直接称取样品。

### b)烘干处理后测定镁量：样品在烘箱中105 ℃烘1 h，于干燥器中冷却至室温，立即称量。

### c)灼烧处理后测定镁量：样品在马弗炉中950 ℃灼烧1 h，于干燥器中冷却至室温，立即称量。

### 7.2 稀土金属样品：

### 除金属铈、金属镧铈，其他金属样品去掉表面氧化层，取样后，立即称量。

 b) 金属铈、金属镧铈应去除表皮0.5 mm～1.0 mm钻屑，然后慢速钻取样品，立即封装，防止氧化,取样后，立即称量。

## 8 试验步骤

### 8.1 试料

按表1称取样品（7），精确至0.0001 g。

表1 试料量及定容体积

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 镁的质量分数*w*/% | 试样量/g | 试液总体积/mL | 移取试液体积/mL | 被测试液体积/mL |
| 0.0005～0.0025 | 1.00 | 50.00 | 10.00 | 25 |
| >0.0025～0.0070  | 1.00 | 100.00 | 5.00 |
| >0.0070～0.015 | 0.50 | 100.00 | 5.00 |
| >0.015～0.050 | 0.20 | 100.00 | 5.00 |
| >0.050～0.15 | 0.50 | 200.00 | 5.00 | 100 |
| >0.15～0.30 | 0.30 | 200.00 | 5.00 |

### 8.2 平行试验

平行做两份试验。

### 8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 分析试液的制备

8.4.1.1 按表1称取除二氧化铈外的试料（8.1）置于100 mL烧杯中,加入6 mL盐酸(5.2),低温加热至溶解完全,冷却至室温，移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

8.4.1.2 按表1称取二氧化铈试料（8.1）置于100 mL烧杯中，加入6 mL硝酸(5.3)，滴加1 mL～3 mL过氧化氢(5.1),低温加热至溶解完全,将溶液蒸至2 mL～3 mL,冷却至室温，移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

8.4.2 工作曲线的绘制及测定

8.4.2.1标准加入法（适用于镁含量范围：0.0005 %～0.050 %)

8.4.2.1.1按表1移取4份试液于一组25 mL比色管中,分别加入0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 镁标准溶液(5.6),用水稀至刻度,混匀。

8.4.2.1.2使用空气-乙炔火焰,在原子吸收光谱仪波长285.2 nm处,以水调零，测量试液的吸光度。以镁浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制标准加入曲线，用外推法从标准加入曲线上查得被测溶液的镁浓度。

8.4.2.2标准曲线法（适用于镁含量范围：＞0.050 %～0.30 %)

8.4.2.2.1按表1移取试液于100 mL容量瓶中，加入2 mL盐酸（5.2）或硝酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2.2.2使用空气-乙炔火焰,在原子吸收光谱仪波长285.2 nm处,以水调零，测量试液的吸光度。在工作曲线上查得被测试液的镁浓度。

8.4.2.2.3工作曲线的绘制与测定：移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、 4.00 mL、 5.00 mL镁标准溶液（5.5）于一组100 mL容量瓶中，加入2 mL盐酸（5.2）或硝酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。按仪器工作条件在波长285.2 nm处,以水调零，测量试液的吸光度，以镁浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

9 试验数据处理

镁或氧化镁的含量以质量分数*w*计 ,按式(1)计算:

 …………………………… (1)

式中:

*k* ― 1.6582,镁的氧化物与其单质的换算系数，（计算镁含量时，k=1 ）

*ρ* ― 由标准曲线查得的被测溶液中镁的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ*o ― 由标准曲线查得的随同试料空白溶液中镁的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V* ― 试液的总体积,单位为毫升（mL）；

*V*2 ― 被测试液的体积,单位为毫升（mL）；

*m* ― 样品的质量,单位为克（g）；

*V1* ― 移取试液的体积,单位为毫升（mL）。

镁的质量分数 *w* ＜0.0010 % 时，计算结果保留1位有效数字，镁的质量分数 *w* ≥ 0.0010 %时 ，保留两位有效数字，数值修约按照GB/T 8170规定执行。

## 10 精密度

### 10.1 精密度原始数据及统计

 精密度数据是在2024年，由7家实验室对8个不同水平样品进行协同试验确定的，每个实验室对每个水平的镁含量在重复性条件下独立测定11次，试验数据按GB/T 6379.2进行统计分析。

### 10.2 重复性

在重复性条件下获得的两次独立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或外延法求得：

表2 重复性限

|  |  |
| --- | --- |
| 镁质量分数*w*/% | 重复性限（r）/% |
| 0.0005 | 0.0001 |
| 0.0010 | 0.0001 |
| 0.0030 | 0.0003 |
| 0.0069 | 0.0004 |
| 0.0097 | 0.0006 |
| 0.059 | 0.004 |
| 0.11 | 0.01 |
| 0.29 | 0.02 |
| 注：重复性限（r）为2.8×Sr，Sr为重复性标准差。 |

10.3　再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5 %，再现性限（*R*）按表3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 再现性限

|  |  |
| --- | --- |
| 镁的质量分数*w*/% | 再现性限(*R*)/% |
| 0.0005 | 0.0002 |
| 0.0010 | 0.0003 |
| 0.0030 | 0.0005 |
| 0.0069 | 0.0010 |
| 0.0097 | 0.0012 |
| 0.059 | 0.010 |
| 0.11 | 0.02 |
| 0.29 | 0.03 |
| 注：重复性限（R）为2.8×SR，SR为再现性标准差。 |