ICS 77.120.99
CCS H 14

中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.11—2025
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　第11部分:镁含量的测定　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

2025-08-01 发布　　2026-02-01 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:镁含量的测定　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;
——第20部分:稀土氧化物中微量氟、氯的测定　离子色谱法;
——第21部分:稀土氧化物中硫酸根含量的测定　硫酸钡比浊法。

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改动外,主要技术变化如下:

a)　增加了镁标准溶液A(见5.5);
b)　更改了镁标准溶液B的浓度(见5.6,2003年版的3.5);
c)　更改了样品的前处理条件(见第7章,2003年版的5.1);
d)　更改了被测元素的试料量和定容体积(见8.1,2003年版的6.1);
e)　增加了标准曲线法(见8.4.2.2);
f)　更改了“精密度”,将“允许差”更改为“再现性”(见10.3,2003年版的8.2);
g)　删除了质量保证和控制(见2003年版的第9章);
h)　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、江西省钨与稀土产品质量监督检验中心（江西省钨与稀土研究院）、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：谢建伟、江海波、姚京璧、樊成美、吉启霞、徐娜、康亚先、曾庆平、缪峰梅、王伟生、王昊、吕楠楠、杨大伟。

本文件于1990年首次发布为GB/T 12690.25—1990《稀土金属及其氧化物化学分析方法　火焰原子吸收光谱法测定镁量》，2003年第一次修订为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》，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《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《氧化钐化学分析方法》等标准，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，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 21 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：镁含量的测定　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；

——第 20 部分：稀土氧化物中微量氟、氯的测定　离子色谱法；

——第 21 部分：稀土氧化物中硫酸根含量的测定　硫酸钡比浊法。

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、规范的标准化工作基础。

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:镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法

1　范围

本文件描述了火焰原子吸收光谱法测定稀土金属及其氧化物中镁含量的方法。

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):0.000 5%～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

JJG 694　原子吸收分光光度计

3　术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4　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。液体优先使用有证标准溶液。

5.1　过氧化氢[$w(H_2O_2)\geqslant30\%$]。

5.2　盐酸(1+1)。

5.3　硝酸(1+1)。

5.4　镁标准贮存溶液:称取0.414 6 g经800 ℃灼烧至恒重的氧化镁[$w(MgO)\geqslant99.95\%$]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A: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。