



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.20—2024

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 第 20 部分：稀土氧化物中微量氟、 氯的测定 离子色谱法

Chemical analysis methods for non-rare earth impurities of rare
earth metals and their oxides—

Part 20: Determination of minor amounts of fluorine and chlorine
in rare earth oxides—Ion chromatography method

2024-11-28 发布

2025-06-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂或材料	1
6 仪器设备	2
7 样品	2
8 试验步骤	3
8.1 试料	3
8.2 平行试验	3
8.3 空白试验	3
8.4 分析试液的制备	3
8.5 系列标准溶液的配制	3
8.6 标准曲线的绘制	3
8.7 测定	4
9 试验数据处理	4
10 精密度	4
10.1 精密度原始数据及统计	4
10.2 重复性	4
10.3 再现性	5

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20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；
- 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。

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：湖南稀土金属材料研究院有限责任公司、虔东稀土集团股份有限公司、江西省钨与稀土产品质量监督检验中心、包头稀土研究院、国合通用测试评价认证股份公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、青岛盛瀚色谱技术有限公司。

本文件主要起草人：王贵超、张曼宁、刘荣丽、石雪峰、温斌、徐娜、刘鹏宇、刘春、王金凤、陈燕群、罗芝雅、邹世辉、王玲、田海峰、赵艳、张秀艳、邓雨、张锦梅。

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、稀土杂质等检测方法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 发射光谱法》、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《荧光级氧化钇中氧化铅、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，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，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 拟由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；
- 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。

制备高纯稀土氧化物过程中夹带着微量氟和氯杂质元素，离子色谱法以其检测速度快、选择性好、受干扰小、检出下限低、灵敏度高、可同时测定多种阴离子的优点，已越来越多地应用于微量氟、氯分析中。本文件利用离子色谱仪，通过大量条件试验、规范检测过程中的各个细节，建立了规范、易操作、准确度高的检测标准。

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法

第 20 部分：稀土氧化物中微量氟、 氯的测定 离子色谱法

1 范围

本文件描述了稀土氧化物中微量氟、氯的测定方法。

本文件适用于稀土氧化物中氟、氯含量的测定。测定范围（质量分数）：氟 0.001 0%~0.010%；氯 0.001 0%~0.010%。

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 823 离子色谱仪

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料经硫酸分解，其中的氟和氯随水蒸气逸出与样品分离，经水吸收，用离子色谱法测定。通过出峰时间对氟和氯进行定性，以标准曲线法对氟和氯进行定量。

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 规定的一级水。优先使用有证标准溶液。

5.1 氟化钠，基准物质。

5.2 氯化钠，基准物质。

5.3 过氧化氢 [$w(\text{H}_2\text{O}_2) \geq 30\%$]。

5.4 硫酸（2+1）。

5.5 淋洗液：按照分离柱使用说明书，选择适合的淋洗液。