



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.19—2018

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 第 19 部分：砷、汞量的测定

Chemical analysis methods for
non-rare earth impurities of rare earth metals and their oxides—
Part 19: Determination of arsenic and mercury contents

2018-09-17 发布

2019-06-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 12690《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法》共分为 19 个部分：

- 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 钼蓝分光光度法；
- 第 8 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 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；
- 第 13 部分：钼、钨量的测定；
- 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。

本部分为 GB/T 12690 的第 19 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)提出并归口。

本部分起草单位：国家钨与稀土产品质量监督检验中心、虔东稀土集团股份有限公司(赣州艾科锐检测技术有限公司)、赣州有色冶金研究所、中国北方稀土(集团)高科技股份有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、全南县新资源稀土有限责任公司、包头稀土研究院、定南大华新材料资源有限公司、中国测试技术研究院、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、广东省工业分析检测中心、钢研纳克检测技术有限公司。

本部分主要起草人：李平、徐娜、宋旭东、李建国、陈文、凌宏煊、谢敏、汤英、温斌、张桂梅、何静、田佳、陈燕、高立红、姚南红、吕昊、陈添连、周伟、陈祝炳、刘鹏宇、祁生平、杨春红、张鷟、杜梅、孙羽婕、张秀艳、刘天平、李智勇、焦智斌、熊晓燕、董涛、龚万年、王津、刘丽媛。

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 第 19 部分：砷、汞量的测定

1 范围

GB/T 12690 的本部分规定了稀土金属及其氧化物中砷、汞量的测定方法。

本部分适用于稀土金属及其氧化物中砷、汞量的测定。共包含 2 个方法：方法 1 电感耦合等离子体质谱法，方法 2 原子荧光法。方法 1 测定范围：0.000 05%~0.010%，方法 2 测定范围：砷 0.000 05%~0.010%；汞 0.000 005%~0.001 0%。当方法 1 与方法 2 测定范围出现重叠时，以方法 2 作为仲裁方法。

2 方法 1：电感耦合等离子体质谱法

2.1 方法原理

试料以硝酸溶解，在稀硝酸介质中，以氙等离子体为离子化源，利用标准模式和反应气模式，直接测定，以内标法校正基体干扰。

2.2 试剂

2.2.1 过氧化氢(30%)，优级纯。

2.2.2 硝酸(1+1)。

2.2.3 硝酸(1+3)。

2.2.4 硝酸(2+98)。

2.2.5 氢氧化钠，优级纯。

2.2.6 氢氧化钠溶液(100 g/L)。

2.2.7 砷标准贮存溶液：准确称取 0.132 0 g 于硫酸干燥器中干燥至恒重的三氧化二砷，温热溶于氢氧化钠溶液(2.2.6)，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 砷。

2.2.8 汞标准贮存溶液：准确称取 0.135 0 g 氯化汞，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 汞。

2.2.9 铋标准贮存溶液：准确称取 0.232 0 g 硝酸铋，用 10 mL 硝酸溶液(2.2.4)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 100 μg 铋。

2.2.10 铯标准贮存溶液：准确称取 0.126 7 g 氯化铯，溶于少量水后，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含有 100 μg 铯。

2.2.11 混合标准溶液：分别移取砷、汞标准贮存溶液(2.2.7~2.2.8)各 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸(2.2.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 分别含砷、汞 10 μg。

2.2.12 混合内标溶液：分别移取铋、铯标准贮存溶液(2.2.9~2.2.10)各 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸(2.2.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 分别含铋、铯 10 μg，再将此溶液稀释至 1 mL 含 1 μg 的铋、铯标准溶液。

2.2.13 氙气[φ(Ar)≥99.999%]。