

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质

化学分析方法

第 8 部分：钠量的测定

研究报告

国标（北京）检验认证有限公司

墨淑敏、胡梦桥、邓楠、李爱嫦

2020 年 8 月

# 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法

## 第 8 部分：钠量的测定

**摘要：**方法是对 GB/T 12690.8 的修订，主要采用火焰原子吸收、电感耦合等离子体质谱、电感耦合等离子体光谱 3 种方法对稀土金属及其氧化物中钠含量进行测定。火焰原子吸收光谱法测定范围：0.0005%~0.025%；电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）测定范围：0.0005%~0.025%；电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-AES）测定范围：0.010~0.20%。其中原标准中的“原子吸收光谱法”变更为方法 1，其主要技术参数不变，仅做文字修改。本文主要针对 ICP-AES（方法 2）及 ICP-MS（方法 3）进行研究。

### 一、电感耦合等离子体发射光谱法（方法 2）

#### 1 方法原理

试样经硝酸溶解，在硝酸介质中，直接以氩等离子体光源激发，采用基体匹配法进行光谱测定。计算试样中钠的含量。测定范围：0.010%~0.20%。

#### 2 试验部分

##### 2.1 仪器与设备

2.1.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪 Agilent ICP-OES 725ES（美国安捷伦公司）

##### 2.1.2 仪器工作条件

射频发生器功率 1200W，观测高度 10mm，载气流量 0.75L/min，冷却气流量 15 L/min，辅助气:1.5 L/min，进液泵速：2mL/min。

##### 2.2 试剂与材料

2.2.1 过氧化氢（30%）。

2.2.2 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ，1+1 稀释）。

2.2.3 钠标准贮存溶液：称取 2.5421 g 经 400 °C~450 °C 灼烧到无爆裂声的氯化钠（优级纯）于 500 mL 烧杯中，加 200 mL 水溶解。移入 1000 mL 容量瓶中用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钠。

2.2.4 钠标准溶液：移取 20.00 mL 钠标准贮存溶液（2.2.3）于 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 20 ug 钠。

2.2.5 氧化镧基体溶液：称取 25.000 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化镧（ $w_{\text{Na}}<0.0001\%$ ），置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸（2.2.2）低温加热至溶解完全，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 50 mg 氧化镧。

2.2.6 氧化铈基体溶液：称取 25.000 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化铈（ $w_{\text{Na}}<0.0001\%$ ），置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸（2.2.2），低温加热并滴加过氧化氢（2.2.1）至溶解完全，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 50 mg 氧化铈。

2.2.7 氧化镨基体溶液：称取 25.000 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化镨（ $w_{\text{Na}}<0.0001\%$ ），置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸（2.2.2）低温加热至溶解完全，取下冷却至室温。溶液移入

500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 mg 氧化镨。

2.2.8 氧化钹基体溶液：称取 25.000 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化钹 ( $w_{Na} < 0.0001\%$ )，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸 (2.2.2) 低温加热至溶解完全，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 50 mg 氧化钹。

2.2.9 氧化钿基体溶液：称取 25.000 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化钿 ( $w_{Na} < 0.0001\%$ )，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸 (2.2.2) 低温加热至溶解完全，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 50 mg 氧化钿。

2.2.10 氧化铀基体溶液：称取 25.000 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化铀 ( $w_{Na} < 0.0001\%$ )，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸 (2.2.2) 低温加热至溶解完全，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 50 mg 氧化铀。

2.2.11 氧化钪基体溶液：称取 25.000 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化钪 ( $w_{Na} < 0.0001\%$ )，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸 (2.2.2) 低温加热至溶解完全，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 50 mg 氧化钪。

2.2.12 氧化铯基体溶液：称取 25.000 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化铯 ( $w_{Na} < 0.0001\%$ )，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸 (2.2.2) 低温加热至溶解完全，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 50 mg 氧化铯。

2.2.13 氧化镉基体溶液：称取 25.000 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化镉 ( $w_{Na} < 0.0001\%$ )，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸 (2.2.2) 低温加热至溶解完全，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 50 mg 氧化镉。

2.2.14 氧化铟基体溶液：称取 25.000 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化铟 ( $w_{Na} < 0.0001\%$ )，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸 (2.2.2) 低温加热至溶解完全，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 50 mg 氧化铟。

2.2.15 氧化铊基体溶液：称取 25.000 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化铊 ( $w_{Na} < 0.0001\%$ )，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸 (2.2.2) 低温加热至溶解完全，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 50 mg 氧化铊。

2.2.16 氧化铋基体溶液：称取 25.000 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化铋 ( $w_{Na} < 0.0001\%$ )，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸 (2.2.2) 低温加热至溶解完全，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 50 mg 氧化铋。

2.2.17 氧化铪基体溶液：称取 25.000 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化铪 ( $w_{Na} < 0.0001\%$ )，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸 (2.2.2) 低温加热至溶解完全，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 50 mg 氧化铪。

2.2.18 氧化镱基体溶液：称取 25.000 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化镱 ( $w_{Na} < 0.0001\%$ )，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸 (2.2.2) 低温加热至溶解完全，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 50 mg 氧化镱。

2.2.19 氧化铒基体溶液：称取 25.000 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化铒 ( $w_{Na} < 0.0001\%$ )，置于

500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸（2.2.2）低温加热至溶解完全，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 50 mg 氧化钽。

### 2.3 试验步骤

#### 2.3.1 试料

称取 0.10 g 样品，精确至 0.0001 g。

#### 2.3.2 平行试验

平行做两份试验。

#### 2.3.3 空白试验

随同样品做空白试验。

#### 2.3.4 试样溶液的制备

2.3.4.1 将（除二氧化铈外）试料（2.3.1）置于 50mL 烧杯中，加入 10mL 硝酸（1+1），低温加热溶解至清，溶液煮沸后转移至 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.3.4.2 将二氧化铈试料（2.3.1）置于 50mL 烧杯中，加入 10mL 硝酸（1+1）和 1 mL 过氧化氢，低温加热溶解至清，溶液煮沸后转移至 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

#### 2.3.5 标准溶液的配制

分别移取 0、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 钠标准溶液（2.2.4）于一组 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸（1+1），加入适量的稀土氧化物基体溶液（2.2.5~2.2.19）进行基体匹配，以水稀释至刻度，混匀。

#### 2.3.6 测定

在光谱上按选定的仪器参数和分析线进行测定，以加钠标准与试样空白的信号强度差为纵坐标，加入钠量为横坐标绘制工作曲线。

### 2.4 分析结果的计算与表述

按式（1）计算稀土氧化物中钠的质量分数（%）

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\rho$ ——样品溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$\rho_0$ ——空白溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$V$ ——溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

$m$ ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

## 3 结果与讨论

### 3.1 分析线的选择

部分钠分析线受基体背景干扰，本方法 Na 的分析线选择 589.0 nm。

### 3.2 酸度对测定的影响

分别称取氧化镧、氧化钕、氧化镨三种稀土氧化物 0.10g 各 5 份，置于一组 50mL 烧杯中，加入 2 mL 硝酸（1+1），低温加热至溶解完全，冷却至室温，转移至 100 mL 容量瓶中，

加入 1  $\mu\text{g/mL}$  Na，并依次补加 0mL、2mL、8mL、14mL、18mL 硝酸 (1+1)，使其酸度分别为 1%、2%、5%、8%、10% 进行测定。测定结果见表 1：

表 1 酸度对测定的影响

元素, 波长	强度				
	硝酸酸度 1%	硝酸酸度 2%	硝酸酸度 5%	硝酸酸度 8%	硝酸酸度 10%
氧化镧中 Na(589.0nm)	14370	14434	14450	14419	14408
氧化钪中 Na(589.0nm)	14898	14900	14910	14893	14881
氧化铈中 Na(589.0nm)	12412	12428	12430	12417	12401

从上表可以看出，随着酸度的增大，Na 的信号强度有下降趋势，同时硝酸酸度加大，也会影响到溶液的粘稠度，进而影响其在 ICP-OES 仪器上的雾化、进样效率。综合考虑样品溶解的要求及溶液中硝酸酸度对信号强度的抑制效应，将本方法的酸度定为 5%。

### 3.3 基体浓度对测定的影响

选取了氧化镧、氧化钪、氧化铈为例的三种不同基体，分别配制基体浓度为 0mg/mL、1mg/mL、2mg/mL、4mg/mL、10mg/mL 的溶液，并加入 2.00  $\mu\text{g/mL}$  钠，测定结果见表 2：

表 2 基体浓度对测定的影响

基体种类	基体浓度				
	0 mg/mL	1mg/mL	2mg/mL	4mg/mL	10mg/mL
La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.00	2.06	2.15	2.23	2.34
Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.00	2.03	2.23	2.56	2.84
Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.00	2.04	1.95	1.94	2.08

由表 2 可知，当稀土基体浓度越大，对钠的干扰越严重，所以采用基体匹配法校正基体对测定的影响。

### 3.4 方法的检出限和测定下限

在选定的测定条件下，基体空白溶液平行测定 11 次，计算其标准偏差，以 3 倍标准偏差对应的浓度计算检出限；以 10 倍标准偏差对应的浓度计算方法的测定下限，测定结果见表 3：

表 3 方法检出限及测定下限

元素	氧化镧中 Na	氧化钪中 Na	氧化铈中 Na	氧化钪中 Na	镨钕氧化物中 Na
检出限/ $\mu\text{g/mL}$	0.0009	0.0127	0.0026	0.0217	0.0208
测定下限/%	0.0003	0.0042	0.0009	0.0082	0.0069

### 3.5 精密度试验

按照试验步骤，在选定的实验条件下，对氧化镧、氧化钪、镨钕氧化物等 4 个水平的样品独立测定 7 次，进行精密度统计，测定结果见表 4：

表 4 ICP-AES 精密度数据

试样名称	测定结果 Na/%	平均值/%	结果的 SD	RSD/%
2#	0.0117 0.0111 0.0102 0.0118 0.0107 0.0112 0.0103	0.0110	0.0006325	5.8
3#	0.0322 0.0328 0.0312 0.0303 0.0316 0.0327 0.0312	0.0317	0.0009063	2.9
4#	0.0507 0.0504 0.0502 0.0520 0.0517 0.0522 0.0519	0.0513	0.0008367	1.6
5#	0.129 0.132 0.128 0.131 0.133 0.137 0.134	0.132	0.003055	2.3

由表 4 可知，方法精密度在 1.6%-5.8%，精密度良好。

### 3.6 加标回收

称取 0.100 g 样品，并按照表 5 加入 Na 量，按照 2.3.1~2.3.6 试验方法对 2#、3#样品进行加标回收实验，测定结果见表 5：

表 5 加标回收率

样品	Na 质量分数 /%	加入 Na 量 / $\mu\text{g}$	回收测定值 / $\mu\text{g}$	回收 Na 量 / $\mu\text{g}$	回收率 /%
2#氧化铈样品	0.0110	5	15.9	4.9	98.0
		10	21.5	10.5	105.0
		15	26.2	15.2	101.3
3#镨钕氧化物样品	0.0317	15	47.2	15.5	103.3
		30	62.9	31.2	104.0
		45	78.9	47.2	104.9

由表 5 可见加标回收率在 98.0%~105.0%之间。

### 3.7 方法比对

对 2#、5#采用 ICP-MS 进行方法比对，测定结果见表 6：

表 6 分析结果对照

统一名称	ICP-MS 法测定结果 Na/%	ICP-AES 测定结果 Na/%
氧化铈样品-2#	0.012	0.011
镨钕氧化物样品-5#	0.031	0.032

## 二、电感耦合等离子质谱法（方法 3）

### 1 实验部分

#### 1.1 试剂

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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

1.2.1 过氧化氢（30%）。

1.2.2 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ，1+1稀释）。

1.2.3 钠标准贮存溶液：称取2.5421 g经400 °C~450 °C灼烧到无爆裂声的氯化钠（优级纯）于500 mL烧杯中，加200 mL水溶解。移入1000 mL容量瓶中用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钠。

1.2.4 钠标准溶液：移取1.00 mL钠标准贮存溶液于1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1  $\mu\text{g}$ 钠。

1.2.5 铈、铊、铯标准贮存溶液：购自市售有证标准溶液，质量浓度为1000  $\mu\text{g/mL}$ 。

1.2.6 铈、铊、铯混合内标溶液：分别移取1.00 mL铈、铊、铯标准贮存溶液于1000 mL容量瓶中，加入10 mL硝酸，用水稀释至刻度，混匀。

## 1.2 仪器设备

电感耦合等离子体质谱仪，仪器质量分辨率不低于（ $0.8\pm 0.1$ ）amu。

## 1.3 样品

1.3.1 氧化物试样于105 °C烘1h，置于干燥器中，冷却至室温，立即称量。

1.3.2 金属试样去掉氧化层，取样后，立即称量。

## 1.4 试验步骤

### 1.4.1 试料

称取0.10 g样品（1.3），精确至0.0001g。

### 1.4.2 平行试验

平行做两份试验。

### 1.4.3 空白试验

随试料做空白试验。

### 1.4.4 分析试液的制备

将试料（1.4.1）置于100 mL烧杯中，加入5 mL硝酸（1.2.2），根据需要滴加1 mL过氧化氢（1.2.1），低温加热至溶解完全，取下冷却。

当钠质量分数 $\leq 0.010\%$ 时，移入100 mL容量瓶，加入1.00 mL铈、铊、铯混合内标溶液（1.2.6）；当钠质量分数 $> 0.010\%$ 时，移入250 mL容量瓶，加入2.50 mL铈、铊、铯混合内标溶液（1.2.6），用水稀释至刻度，混匀。

### 1.4.5 系列标准溶液的制备

移取0、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL钠标准溶液（1.2.4）于一组100mL容量瓶中，加入1.00mL铈、铊、铯混合内标溶液（1.2.6），以水稀释至刻度，混匀。

### 1.4.6 测定

在选定的仪器工作条件下，于Na 23质量数处，依次测定系列标准溶液、空白溶液（1.4.3）及样品溶液（1.4.4）。选择合适的内标元素，仪器根据工作曲线，自动计算出空白溶液及样品溶液中钠的质量浓度。

## 1.5 试验数据处理

钠的含量以质量分数 $w$ 计，按式（2）计算：

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$\rho$ ——样品溶液中被测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

$\rho_0$ ——空白溶液中被测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

$V$ ——溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

$m$ ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

## 2 结果及讨论

### 2.1 样品的溶解

实验发现除氧化铈样品外，0.10 g稀土金属或其氧化物加入5 mL硝酸（1+1）后低温加热均能够完全溶解。氧化铈需要加入1 mL左右的过氧化氢后低温加热才能溶解完全。

### 2.2 同位素

Na 只有质量数为 23 的同位素，其丰度为 100%，且试验发现，稀土元素对 Na 23 不存在质谱干扰，可以采用 ICP-MS 测定稀土金属及其氧化物中的钠含量。

### 2.3 测定酸度的影响

以 Sc 为内标，研究了酸度对测定的影响。分别配制 1%、2%、3%、4%、5% 酸度下 40ng/mL 的 Na 标准溶液，Na 的测定结果见表 7。

表 7 酸度的影响

HNO <sub>3</sub> 体积分数	1%	2%	3%	4%	5%
Na 测定值/ng/mL	40.3	39.9	40.2	40.5	39.4

由表 7 可知，采用 ICP-MS 测定 Na 时，硝酸的酸度对测定结果无影响，但酸量的增加会导致空白本底增加。

### 2.4 基体效应与内标元素的选择

改变样品溶液中氧化镧的基体浓度，考察当钠质量浓度为 20 ng/mL 时，基体对 CPS 的影响，结果见表 8。由表 8 可知，随着基体浓度的增加，信号灵敏度降低，基体对信号具有抑制作用。拟采用内标校正法消除基体效应及仪器波动对测定的影响。

表 8 基体影响

基体浓度/mg/mL	0	0.1	0.2	0.5	1.0
CPS/万	26.4	25.8	25.1	24.2	23.5

称取 0.10 克样品，溶解后转入 100 mL 容量瓶中，加入 1mL Sc、Rh、Cs 混合内标溶液（1.2.6）；提供的氧化铈样品中钠含量>0.010%，转移入 250 mL 容量瓶中，加入 2.5 mL Sc、Rh、Cs 混合内标溶液（1.2.6）。考察内标法对 20 ng/mL 钠的校正效果。结果见表 9。由表 9

可知，不需要进行基体匹配，采用更为简单的内标校正法即可得到令人满意的结果。根据内标元素与待测元素质量数接近的原则，推荐 Sc 为内标。

表 9 采用不同内标元素加标回收率

样品	Sc 内标	Rh 内标	Cs 内标
氧化镧	89.7%	95.1%	86.2%
氧化钪	102.3%	106.2	95.3%
镨钕氧化物	106.7%	111.3%	100.4%
氧化铈	95.7%	111.8%	102.2%

## 2.5 工作曲线及方法检出限

对空白溶液 11 测定，计算标准偏差，以 3 倍的标准偏差计算检出限，10 倍标准偏差计算测定下限，结果见表 10。

表 10 方法的检出限和测定下限

元素	工作曲线	线性相关系数	检出限 (ng/mL)	测定下限 (%)
Na	$Y=0.0776X+0.01834$	0.9990	0.06	0.0001

称取纯度在 99.99% ~ 99.999% 的氧化镧、氧化铈、氧化钪、镨钕氧化物、氧化钪、氧化铈、氧化钪等多种稀土基体，按照试验方法处理为样品空白溶液，计算测定下限，计算值在 0.0001%~0.0003% 范围内。

## 3 样品分析

### 3.1 精密度实验

按照实验方法，对 1#~5# 共计 5 个水平的样品各独立测定 7 次，计算结果的平均值、标准偏差及相对标准偏差，结果见表 11。

表 11 ICP-MS 精密度数据

样品 编号	测定值/%				平均值/%	标准偏差	RSD/%
氧化镧 1#	0.00051 0.00049	0.00050 0.00050	0.00052 0.00054	0.00055	0.00052	0.000022	4.3
氧化镧 2#	0.00307 0.00315	0.00292 0.00306	0.00320 0.00308	0.00317	0.00309	0.000093	3.0
氧化钪 3#	0.00835 0.00829	0.00817 0.00808	0.00825 0.00834	0.00813	0.00823	0.000105	1.3
氧化铈 4#	0.0126 0.0124	0.0124 0.0122	0.0123 0.0128	0.0121	0.0124	0.000238	1.9
镨钕氧化物 5#	0.0222 0.0215	0.0218 0.0221	0.0225 0.0223	0.0230	0.0222	0.000483	2.2

### 3.2 加标回收实验

为了验证本方法的准确性，对 1#、2#、4# 样品进行加标回收实验。测定结果见表 12。

表 12 ICP-MS 加标回收情况

样品编号	Na 含量/( $\mu\text{g/g}$ )	加入量/( $\mu\text{g/g}$ )	测定值/( $\mu\text{g/g}$ )	回收率/%
1#	5.2	10	15.5	103.0
2#	30.9	15	45.2	95.3
		30	61.5	102.0
4#	124	20	143	95.0

### 3.3 其它样品测试数据

表 13 其它样品测试数据

样品名称	Na 质量分数 (%)
氧化钆	0.0004%
氧化铈	<0.0003%
氧化钇	<0.0003%

### 3.4 方法比对实验

1#、2#、4#样品提供单位—四川省乐山锐丰冶金有限公司提供了火焰原子吸收光谱法 (FAAS) 测试结果, 与 ICP-MS 测试结果基本一致, 见表 14。4#、5#采用 ICP-AES 进行方法, 结果见表 15, 结果与 ICP-MS 也具有—致性。方法比对试验证明电感耦合等离子体质谱法测定 Na 含量方法是准确可靠的。

表 14 ICP-MS 与 FAAS 方法比对结果 (%)

	1#	2#	4#
ICP-MS	0.0005	0.0031	0.012
FAAS	0.0005	0.0032	0.012

表 15 ICP-MS 与 AES 方法比对结果 (%)

	4#	4#
ICP-MS	0.012	0.022
ICP-AES	0.011	0.023

## 4 结论

ICP-AES 可用于稀土金属及其氧化物中非稀土杂质中钠含量测定, 测定范围: 钠量为 0.010%~0.20%, 方法加标回收率: 98.0%~105.0%之间。方法测定结果准确可靠, 使用仪器设备国内普及率高且操作方便。

ICP-MS 测定稀土金属及其氧化物中钠含量, 测定范围 0.0005%~0.025%时, 相对标准偏差小于 5%, 加标回收率 98.5%~110.0%, 说明该方法具有良好的准确性和精密度, 能够满足稀土中钠含量测定的要求。

修订后的 GB/T 11690.8 增加 ICP-AES 和 ICP-MS 方法后, 共提供三种测定稀土及其氧化物中钠含量的方法, 测定范围 0.0005%~0.20%, 能够满足产品标准需求。