



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.8-202X
代替 GB/T 12690.8-2003

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

Chemical analysis methods for non-rare earth
impurities of rare earth metals and their oxides-
Part 8: Determination of sodium content

(预审稿)

202X-XX-XX发布

202X-XX-XX实施

中华人民共和国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

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》的规则起草。

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8部分。GB/T 12690共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 钼蓝分光光度法；
- 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；
- 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。

本文件代替GB/T 12690.8-2003《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 钠量的测定 火焰原子吸收光谱法》，与GB/T 12690.8-2003相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 火焰原子吸收光谱法变更为方法1。删除附录A（资料性附录）仪器工作条件；
- b) 新增方法2：电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- c) 新增方法3：电感耦合等离子体质谱法；
- d) 钠含量的测定范围由0.0005%~0.025%变更为0.0005%~0.20%。

当测定范围出现重叠时，以方法1作为仲裁方法。

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：国合通用测试评价认证股份公司、四川省乐山锐丰冶金有限公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、国家钨与稀土产品质量监督检验中心、中科院海西研究院厦门稀土材料研究院、虔东稀土集团股份有限公司、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、中国测试

GB/T 12690.8-202X

技术研究院生物研究所、江阴加华新材料资源有限公司、中化地质矿山总局浙江地质勘察院、赣州湛海新材料科技有限公司。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX。

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

——1990年首次发布为GB/T 12690.26-1990；

——2003年第一次修订为GB/T 12690.8-2003；

——本次为第二次修订。

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

1 范围

本文件规定了稀土金属及其氧化物中钠含量的测定方法。

本文件适用于稀土金属及其氧化物中钠含量的测定。火焰原子吸收光谱法测定范围：0.0005%~0.025%；电感耦合等离子体发射光谱法测定范围：0.010%~0.20%；电感耦合等离子体质谱法测定范围：0.0005%~0.025%。

2 火焰原子吸收光谱法（方法 1）

2.1 方法提要

试样以硝酸溶解，在稀硝酸介质中，使用空气—乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 589.0 nm 处测量钠的吸光度。用标准加入法计算钠的含量。

2.2 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。

2.2.1 过氧化氢（30%）。

2.2.2 硝酸（ $\rho=1.42$ g/mL，1+1 稀释）。

2.2.3 草酸（50 g/L）。

2.2.4 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。

2.2.5 钠标准溶液：移取 10.00 mL 钠标准贮存溶液（2.2.4）于 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 钠。

2.3 仪器设备

原子吸收光谱仪，附钠空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡达到下列指标者均可使用。

——特征浓度：在与测量试料溶液基体一致的溶液中，钠的特征浓度不大于 0.0062 μ g/mL。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量吸光度 10 次，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为五段，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。

2.4 样品

2.4.1 氧化物试样于 900 °C 烘 1 h，置于干燥器中，冷却至室温。

2.4.2 金属试样需去掉表面氧化层。取样后，立即称量。

2.5 试验步骤

2.5.1 试料

按表 1 称取样品，精确至 0.0001 g。

表 1

试料	钠的质量分数 w/%	试样量 /g	溶样加入硝酸 (2.2.2) /mL	溶样加入过氧化氢 (2.2.1) /mL	试液总体积 V/mL	移取试液体积 V ₁ /mL
非二氧化铈	0.0005~0.0020	2.00	10	0	25	5
	>0.0020~0.0080	0.50	5	0	25	5
	>0.0080~0.025	0.20	5	0	25	5
二氧化铈	0.0005~0.0020	2.00	15	5	200	20
	>0.0020~0.0080	0.50	10	5	200	20
	>0.0080~0.025	0.20	5	2.5	200	20

2.5.2 平行试验

平行做两份试验。

2.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

2.5.4 试料的溶解

2.5.4.1 将（除二氧化铈外）试料（2.5.1）置于 100 mL 烧杯中，按表 1 加入硝酸（2.2.2），低温加热至溶解完全，冷却至室温。将试液移入 25mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.5.4.2 将（二氧化铈）试料（2.5.1）置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，按表 1 加入硝酸（2.2.2）和过氧化氢（2.2.1），低温加热溶解完全并蒸发至体积小于 1 mL，移入 200 mL 烧杯中。加入 50 mL 水，加热煮沸，加 50 mL 近沸的草酸溶液（2.2.3），冷却至室温。将溶液过滤至 200 mL 容量瓶中（用水洗烧杯和沉淀 5 次~6 次），用水稀释至刻度，混匀。

2.5.5 工作曲线的绘制与测定

按表 1 移取 4 份试液（2.5.4.1 或 2.5.4.2）于一组 25 mL 容量瓶中，分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 钠标准溶液（2.2.5），加入 1 mL 硝酸（2.2.2），用水稀释至刻度，混匀。

使用空气—乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 589.0 nm 处测量钠的吸光度。以钠浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准加入曲线，用外推法求出试液中钠的浓度。

2.6 试验数据处理

钠的含量以质量分数 *w* 计，按式（1）计算：

$$w = \frac{(c - c_0) \cdot V \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——由标准加入法求得的被测溶液中钠的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

c_0 ——由标准加入法求得的空白溶液中钠的质量浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

V ——试液总体积，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)；

V_1 ——移取试液的体积，单位为毫升 (mL)。

2.7 精密度

2.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个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

钠的质量分数 $w/\%$	重复性限 (r) /%
0.00078	0.00039
0.0025	0.00018
0.0069	0.00069

注：重复性限 (r) 为 $2.8 \times s_r$ ， s_r 为重复性标准偏差。

2.7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列的允许差。

表 3

钠的质量分数 $w/\%$	允许差/%
0.0005%~0.0010	0.0004
>0.0010~0.0020	0.0005
>0.0020~0.0050	0.0008
>0.0050~0.0150	0.0020
>0.0150~0.0250	0.0025

3 电感耦合等离子体发射光谱法 (方法 2)

3.1 方法提要

试样以硝酸溶解，在稀硝酸介质中，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪 589.0 nm 处测定钠的发射强度，通过工作曲线计算钠的含量。以基体匹配法校正基体对测定的影响。

3.2 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。

3.2.1 过氧化氢 (30%)。

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

3.2.3 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。

3.2.4 钠标准溶液：移取 20.00 mL 钠标准溶液（3.2.3）于 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 钠。

3.2.5 氧化镧基体溶液：称取 25.000 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 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（3.2.2）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。

3.2.6 氧化铈基体溶液：称取 25.000 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 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（3.2.2），低温加热并滴加过氧化氢（4.2.1）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。

3.2.7 氧化镨基体溶液：称取 25.000 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 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（3.2.2）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。

3.2.8 氧化钕基体溶液：称取 25.000 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化钕 ($w_{\text{Na}} < 0.0001\%$)，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸（3.2.2）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 氧化钕。

3.2.9 氧化钐基体溶液：称取 25.000 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化钐 ($w_{\text{Na}} < 0.0001\%$)，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸（3.2.2）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 氧化钐。

3.2.10 氧化铀基体溶液：称取 25.000 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化铀 ($w_{\text{Na}} < 0.0001\%$)，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸（3.2.2）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。

3.2.11 氧化钷基体溶液：称取 25.000 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化钷 ($w_{\text{Na}} < 0.0001\%$)，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸（3.2.2）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 氧化钷。

3.2.12 氧化铽基体溶液：称取 25.000 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化铽 ($w_{\text{Na}} < 0.0001\%$)，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸（3.2.2）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 氧化铽。

3.2.13 氧化镝基体溶液：称取 25.000 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化镝 ($w_{\text{Na}} < 0.0001\%$)，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸（3.2.2）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 氧化镝。

3.2.14 氧化钇基体溶液：称取 25.000 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化钇 ($w_{\text{Na}} < 0.0001\%$)，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸（3.2.2）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 氧化钇。

3.2.15 氧化铒基体溶液：称取 25.000 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化铒 ($w_{\text{Na}} < 0.0001\%$)，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸（3.2.2）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 氧化铒。

3.2.16 氧化镱基体溶液：称取 25.000 g 经 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 的氧化镱 ($w_{\text{Na}} < 0.0001\%$)，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸（3.2.2）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。

3.2.17 氧化镱基体溶液：称取 25.000 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化镱 ($w_{\text{Na}} < 0.0001\%$)，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸 (3.2.2) 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。

3.2.18 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 (3.2.2) 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 氧化镨。

3.2.19 氧化钇基体溶液：称取 25.000 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化钇 ($w_{\text{Na}} < 0.0001\%$)，置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 硝酸 (3.2.2) 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 氧化钇。

3.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

3.4 样品

3.4.1 氧化物试样于 900 °C 烘 1 h，置于干燥器中，冷却至室温。

3.4.2 金属试样需去掉表面氧化层。取样后，立即称量。

3.5 试验步骤

3.5.1 试料

称取 0.10 g 样品 (3.4)，精确至 0.0001 g。

3.5.2 平行试验

平行做两份试验。

3.5.3 空白试验

随同样品做空白试验。

3.5.4 试料的溶解

3.5.4.1 将 (除二氧化铈外) 试料 (3.5.1) 置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸 (3.2.2)，低温加热至溶解完全，冷却至室温。将试液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.5.4.2 将 (二氧化铈) 试料 (3.5.1) 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10 mL 硝酸 (3.2.2) 和 1 mL 过氧化氢 (3.2.1) 低温加热至溶解完全，煮沸后冷却至室温。将试液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.5.5 系列标准溶液的制备

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 (3.2.4) 于一组 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸 (3.2.2)，加入适量的稀土氧化物基体溶液 (3.2.5~3.2.19) 进行基体匹配，以水稀释至刻度，混匀。

3.5.6 测定

选择仪器合适的分析条件，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪波长 589.0 nm 处，依次测定系列标准溶液（3.5.5）、空白溶液（3.5.3）及样品溶液（3.5.4）中钠的发射强度。根据发射强度和浓度的关系，计算机自动给出空白溶液及样品溶液中钠的质量浓度。

3.6 试验数据处理

钠的含量以质量分数 w 计，按式（2）计算：

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ ——样品溶液中钠的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——空白溶液中钠的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——试液总体积，单位为毫升（ mL ）；

m ——样品的质量，单位为克（ g ）。

3.7 精密度

3.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个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 4 数据采用线性内插法或外延法求得：

表 4

钠的质量分数 $w/\%$	重复性限（ r ）/ $\%$
0.013	0.002
0.036	0.003
0.053	0.004
0.14	0.01

注：重复性限（ r ）为 $2.8 \times s_r$ ， s_r 为重复性标准偏差。

3.7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 5 所列的允许差。

表 5

钠的质量分数 $w/\%$	允许差/ $\%$
0.010~0.040	0.003
>0.040~0.080	0.005
>0.080~0.140	0.015
>0.140~0.200	0.020

4 电感耦合等离子体质谱法（方法 3）

4.1 方法提要

试样以硝酸溶解，于电感耦合等离子体质谱仪上直接测定，通过工作曲线计算钠的含量。

4.2 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。

4.2.1 过氧化氢（30%）。

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

4.2.3 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。

4.2.4 钠标准溶液：移取 1.00 mL 钠标准贮存溶液（4.2.3）于 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 钠。

4.2.5 钪标准贮存溶液：市售有证标准溶液，质量浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.2.6 钪内标溶液：移取 1.00 mL 钪标准贮存溶液（4.2.5）于 1000 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸，用水稀释至刻度，混匀。

4.3 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 $(0.8\pm 0.1)\text{ amu}$ 。

4.4 样品

4.4.1 氧化物试样于 900 °C 烘 1 h，置于干燥器中，冷却至室温。

4.4.2 金属试样需去掉表面氧化层。取样后，立即称量。

4.5 试验步骤

4.5.1 试料

称取 0.10 g 样品，精确至 0.0001 g。

4.5.2 平行试验

平行做两份试验。

4.5.3 空白试验

随试料做空白试验。

4.5.4 试料的溶解

将试料（4.5.1）置于 100 mL 烧杯中，加入 5 mL 硝酸（4.2.2），根据需要滴加 1 mL 过氧化氢（4.2.1），低温加热至溶解完全，取下冷却。

钠的质量分数 $\leq 0.010\%$ 时，移入 100 mL 容量瓶，加入 1.00 mL 钪内标溶液（4.2.6）；钠的质量分数 $> 0.010\%$ 时，移入 250 mL 容量瓶，加入 2.50 mL 钪内标溶液（4.2.6），用水稀释至刻度，混匀。

4.5.5 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（4.2.4）于一组 100 mL 容量瓶中，加入 1.00 mL 钪内标溶液（4.2.6），以水稀释至刻度，混匀。

4.5.6 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（4.5.5）、空白溶液（4.5.3）及样品溶液（4.5.4）。根据工作曲线，仪器自动计算出空白溶液及样品溶液中钠的质量浓度。

4.6 试验数据处理

钠的含量以质量分数 w 计，按式（3）计算：

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- ρ ——样品溶液中被测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
- ρ_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 ——试液总体积，单位为毫升（mL）；
- m ——样品的质量，单位为克（g）。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个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 6 数据采用线性内插法或外延法求得：

表 6

钠的质量分数 $w/\%$	重复性限（ r ）/%
0.0005	0.0001
0.0030	0.0003
0.0081	0.0006
0.013	0.001
0.023	0.002

注：重复性限（ r ）为 $2.8 \times s_r$ ， s_r 为重复性标准偏差。

4.7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 7 所列的允许差。

表 7

钠的质量分数 $w/\%$	允许差/%
0.0005%~0.0010	0.0004
>0.0010~0.0020	0.0005
>0.0020~0.0050	0.0008
>0.0050~0.0150	0.0020
>0.0150~0.0250	0.0025

5 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- 试验对象；
 - 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
 - 所使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
 - 结果；
 - 观测到的异常现象；
 - 试验日期。
-