



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.4—2021

代替 GB/T 12690.4—2003

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法

第 4 部分：氧、氮量的测定

脉冲-红外吸收法和脉冲-热导法

Chemical analysis methods for non-rare earth impurities of rare earth metals and their oxides—Part 4: Determination of oxygen and nitrogen contents—
Impulse-infrared absorption and impulse-thermal conductivity method

2021-10-11 发布

2022-05-01 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4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。

本文件代替 GB/T 12690.4—2003《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 氧、氮量的测定 脉冲-红外吸收法和脉冲-热导法》，与 GB/T 12690.4—2003 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了适用范围，增加了不适用于金属镱的说明；更改了氧含量的测定范围，由“0.010%～0.30%”修订为“0.005 0%～0.30%”（见第1章，2003年版的第1章）；
- b) 增加了“规范性引用文件”“术语和定义”两章（见第2章、第3章）；
- c) 更改了试料的质量，由“氧 0.050 g～0.150 g、氮 0.060 g～0.070 g”修改为“氧、氮 0.10 g～0.16 g”（见 8.1，2003年版的 6.1）；
- d) 更改了助熔剂，由“锡粒、镍片”改为“镍囊或镍篮助熔”（见 8.4，2003年版的 6.6）；
- e) 更改了“精密度”，将“允许差”修改为“再现性”（见 10.2，2003年版的 8.2）；
- f) 删除了质量保证和控制（见 2003年版的第9章）。

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。

GB/T 12690.4—2021

本文件起草单位:包头稀土研究院、国标(北京)检验认证有限公司、钢研纳克检测技术股份有限公司、天津包钢稀土研究院有限责任公司、湖南稀土金属材料研究院、福建省长汀金龙稀土有限公司、国家稀土产品质量监督检验中心。

本文件主要起草人:于勇海、吴文琪、蒋天怡、王长华、侯红霞、白伟华、李宏伟、王安丽、吴希桃、王金凤、蔺恩成。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为:

- 1990年首次发布为 GB/T 12690.12—1990,1995年第一次修订为 GB/T 15917.4—1995,2003年第二次修订为 GB/T 12690.4—2003;
- 本次为第三次修订。

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。本标准系列 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 12690.12~.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 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《荧光级氧化钬中氧化铅、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》等标准,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方法标准。经修订的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。本系列方法标准的建立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、准确的方法规范,具有良好的操作性。

本次修订本文件通过多家实验室试验、验证,修改“允许差”条款为“再现性”条款,在标准中给出了至少覆盖高、中高、中低、低 4 点的重复性、再线性限值,使方法的精密度要求更趋于完善。

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法

第4部分：氧、氮量的测定

脉冲-红外吸收法和脉冲-热导法

1 范围

本文件规定了稀土金属(除金属镱外)中氧、氮含量的测定方法。

本文件适用于稀土金属(除金属镱外)中氧、氮含量的测定。测定范围(质量分数):氧 0.005 0%~0.30%;氮 0.002 0%~0.20%。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

在惰性气氛下,加热熔融石墨坩埚中的试料,试料中的氧呈一氧化碳或(和)二氧化碳析出,经转化炉后,进入红外检测器中进行测定。氮呈氮气析出,进入热导检测器中进行测定。

5 试剂和材料

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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1 带盖镍囊或镍篮,氧、氮空白值(质量分数)不大于 0.000 50%,镍含量(质量分数)不小于 99%,并预先经过混合酸($\text{HNO}_3 + \text{HPO}_4 + \text{HAc}$)腐蚀处理。

5.2 四氯化碳或丙酮,氧、氮空白值(质量分数)不大于 0.000 50%。

5.3 石墨坩埚。

5.4 氧标准样品:在含氧量(质量分数)0.005 0%~0.30%范围内选择三个合适的有证标准样品。

5.5 氮标准样品:在含氮量(质量分数)0.002 0%~0.20%范围内选择三个合适的有证标准样品。

5.6 氦气[$\varphi(\text{He}) \geq 99.99\%$]。