



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.1—2015
代替 GB/T 12690.1—2002

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 第 1 部分：碳、硫量的测定 高频-红外吸收法

Chemical analysis methods for non-rare earth impurity of
rare earth metals and their oxides—
Part 1: Determination of carbon and sulfur contents—
High frequency-infrared absorption method

2015-09-11 发布

2016-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
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 18 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：铝、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、铅的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；钽、钼、铅、镍、铜、锌、铝、铬的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 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、钪量的测定；
- 第 18 部分：锆量的测定。

本部分为 GB/T 12690 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 12690.1—2002《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 高频-红外吸收法测定碳、硫量》。本部分与 GB/T 12690.1—2002 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 扩大了硫含量的测定范围：从 0.005 0%~0.100% 调整为 0.005 0%~1.00%；
- 修改了助熔剂的加入量及顺序：由 0.5 g 纯铁助熔剂、试料、0.9 g 钨助熔剂、0.1 g 锡助熔剂改为 1.2 g 钨助熔剂、0.1 g 锡助熔剂、0.3 g 纯铁助熔剂、试料；
- 增加了重复性限（见 8.1）。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)提出并归口。

本部分负责起草单位：包头稀土研究院。

本部分参加起草单位：赣州晨光稀土新材料股份有限公司、徐州金石彭源稀土材料厂、钢研纳克检测技术有限公司。

本部分主要起草人：吴文琪、蒋天怡、杜梅、陈燕、刘志勇、郭飞飞、谢宝平、刘木根、周伟、刘平、石翠萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 12690.13—1990、GB/T 12690.1—2002。

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 第1部分:碳、硫量的测定 高频-红外吸收法

1 范围

GB/T 12690 的本部分规定了稀土金属及其氧化物中碳、硫含量的测定方法。
本部分适用于稀土金属及其氧化物中碳、硫含量的测定。测定范围:0.005 0%~1.00%。

2 方法原理

试料在助熔剂存在下,于高频感应炉内,氧气气氛中高频燃烧,碳呈二氧化碳释出,硫呈二氧化硫释出,以红外线吸收法测定。

3 试剂和材料

- 3.1 钨助熔剂: $\omega_{\text{C}} \leq 0.000 8\%$, $\omega_{\text{S}} \leq 0.000 8\%$ 。
- 3.2 锡助熔剂: $\omega_{\text{C}} \leq 0.000 8\%$, $\omega_{\text{S}} \leq 0.000 8\%$ 。
- 3.3 纯铁助熔剂: $\omega_{\text{C}} \leq 0.000 8\%$, $\omega_{\text{S}} \leq 0.000 8\%$ 。
- 3.4 碳硫专用坩埚:经 1 200 °C 灼烧 2 h,自然冷却后置于干燥器中备用。
- 3.5 标准样品:在含碳、硫量 0.010%~2.00% 范围内选择 5 个合适的标样。
- 3.6 氧气($\geq 99.5\%$)。

4 仪器

高频-红外碳硫仪。
检测器灵敏度:0.01 $\mu\text{g/g}$ 。

5 试料

- 5.1 稀土金属试样制成屑状或每块 0.1 g 以下小块,取样后应立即分析。
- 5.2 稀土氧化物试样于 105 °C 电热恒温干燥箱烘干后立即分析。
- 5.3 加工、处理试样时,确保试样清洁,防止污染。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.30 g 稀土金属(5.1),或 0.20 g 稀土氧化物(5.2),精确至 0.000 1 g。