



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.1—2022

代替 GB/T 12690.1—2015

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 impurities of
rare earth metals and their oxides—
Part 1: Determination of carbon and sulfur contents—
High frequency-infrared absorption method

2022-12-30 发布

2023-07-01 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 1 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：钍量的测定 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 12690.1—2015《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》，与 GB/T 12690.1—2015 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了测定范围，由“0.005 0%～1.00%”更改为“碳 0.002 0%～1.00%；硫 0.002 0%～0.20%”（见第 1 章，2015 年版的第 1 章）；
- b) 更改了方法提要（见第 4 章，2015 年版的第 2 章）；
- c) 更改了标准样品碳、硫含量范围及数量（见 5.5，2015 年版的 3.5）；
- d) 增加了试剂及规格（见 5.6、5.7）；
- e) 增加了清洗剂（见 5.8）；
- f) 增加了仪器维护保养措施（见 6.1）；
- g) 增加了设备及精度（见 6.2）；
- h) 更改了样品处理方式（见第 7 章，2015 年版的第 5 章）；
- i) 更改了称样量（见 8.1，2015 年版的 6.1）；
- j) 更改了工作曲线校正（见 8.4，2015 年版的 6.4）；
- k) 更改了助熔剂、样品的加入量和加入顺序（见 8.5，2015 年版的 6.5）；

1) 更改了“精密度”,将“允许差”更改为“再现性”(见第 10 章,2015 年版的第 8 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。

本文件起草单位:国合通用测试评价认证股份有限公司、包头稀土研究院、国标(北京)检验认证有限公司、赣州有色冶金研究所有限公司、四川省乐山锐丰冶金有限公司、江西南方稀土高技术股份有限公司、有研稀土新材料股份有限公司、益阳鸿源稀土有限责任公司。

本文件主要起草人:陈彩霞、吴文琪、张秀艳、李甜、胡梦桥、罗燕生、胡璇、曹振华、张文星、冯新瑞、徐静、郭才女、刘卫、孙海峰、张力久、陈雄飞、白晓艳、刘鹏宇、程紫辉、曲翔、赵艳、谢艳艳。

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 12690.13—1990;

——2002 年第一次修订为 GB/T 12690.1—2002,2015 年为第二次修订;

——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。本系列标准 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《荧光级氧化钇中氧化铅、氧化镍、氧化铁和氧化铜量测定 发射光谱法》、GB/T 11074.3~7—1989《氧化钇化学分析方法》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。经整合后的系列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,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。

根据检测对象、检测方法的不同以及各稀土金属与稀土氧化物基体的差异等,GB/T 12690 由 19 个部分构成:

- 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。

上述各个部分标准按稀土金属及其氧化物生产与贸易中常规的检测元素依次设立,各部分包括一种或多种检测方法,分别明确适用范围、试剂材料与试验设备的选择,规范试验步骤,并经过多家实验室多次试验和验证给出精密度数据,为稀土金属及其氧化物品质核查建立严谨、规范的标准化工作基础。

本文件所采用的高频-红外吸收法具有测量范围宽、分析结果准确可靠、操作简便、能同时测定碳、硫含量等特点,已广泛应用于冶金、地质等相关分析领域。本文件中碳精密度数据是在 2020 年由 8 家实验室对 6 个不同碳含量水平样品进行共同试验确定的,每个实验室对每个水平的碳含量在重复性条

件下独立测定 11 次；硫精密度数据由 7 家实验室对 4 个不同硫含量水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的硫含量在重复性条件下独立测定 11 次。共同试验数据按 GB/T 6379.2《测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》进行统计分析。

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

本文件描述了稀土金属及其氧化物中碳、硫含量的测定方法。

本文件适用于稀土金属及其氧化物中碳、硫含量的测定。测定范围(质量分数):碳 0.002 0%~1.00%;硫 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 方法提要

在助熔剂存在时,在高频感应炉内通入氧气流,使试料在高温下燃烧,碳生成一氧化碳或/和二氧化碳气体,硫生成二氧化硫气体。混合气体先进入二氧化硫红外池测定硫含量,然后经过催化氧化,二氧化硫转化为三氧化硫并被吸收。余下的气体进入碳红外池测定碳含量。

5 试剂或材料

5.1 钨助熔剂: $w_C < 0.000 8\%$, $w_S < 0.000 8\%$ 。

5.2 锡助熔剂: $w_C < 0.000 8\%$, $w_S < 0.000 8\%$ 。

5.3 纯铁助熔剂: $w_C < 0.000 8\%$, $w_S < 0.000 8\%$ 。

5.4 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。

5.5 标准样品:在碳含量(质量分数)0.002 0%~1.00%、硫含量(质量分数)0.002 0%~0.20%范围内选择合适的有证标准样品。

5.6 烧碱石棉:粒度为 0.7 mm~1.2 mm(10 目~20 目)。

5.7 无水高氯酸镁:粒度为 0.7 mm~1.2 mm(10 目~20 目)。

5.8 丙酮(分析纯)。