



# 中华人民共和国国家标准

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

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

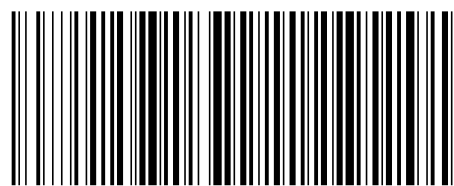
中华人民共和国  
国家标准  
稀土金属及其氧化物中非稀土杂质  
化学分析方法  
第 1 部分：碳、硫量的测定  
高频-红外吸收法  
GB/T 12690.1—2015

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)  
网址 www.spc.net.cn  
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字  
2015 年 10 月第一版 2015 年 10 月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-52509 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 12690.1—2015

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

6.2 测定数量

称取两份试料(6.1)进行平行测定,取其平均值。

6.3 空白校正

6.3.1 检查仪器使用的干燥剂、吸收剂、催化剂是否有效,失效时予以更换。

6.3.2 按仪器说明书启动、预热仪器。

6.3.3 在坩埚(3.4)中加入 1.2 g 钨助熔剂(3.1)、0.1 g 锡助熔剂(3.2)和 0.3 g 纯铁助熔剂(3.3),于高频-红外碳硫仪进行测定,按仪器说明书校正空白。

6.4 工作曲线校正

在坩埚(3.4)中加入 1.2 g 钨助熔剂(3.1)、0.1 g 锡助熔剂(3.2)和 0.3 g 纯铁助熔剂(3.3),称取约 0.30 g 适当含量的标准样品(3.5),于高频-红外碳硫仪进行平行测定,按仪器说明书校正工作曲线。

6.5 测定

在坩埚(3.4)中加入 1.2 g 钨助熔剂(3.1)、0.1 g 锡助熔剂(3.2)和 0.3 g 纯铁助熔剂(3.3),加入试料(6.1),在高频-红外碳硫仪上进行平行测定,其测定值的相对误差不大于 5%时,取其平均值。

如仪器不能自动显示分析结果按式(1)进行结果计算。

7 分析结果的计算与表述

按式(1)计算样品中碳或硫的质量分数(%):

$$\omega = \omega_2 - a\omega_1 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\omega_1$ ——空白试验碳或硫含量,%;

$\omega_2$ ——测定后的碳或硫含量,%;

$a$  ——助熔剂量与实际称样量的比值。

8 精密度

8.1 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 1 数据采用线性内插法求得。

表 1

| 质量分数/%  | 重复性限 $r$ /% |
|---------|-------------|
| 0.004 6 | 0.001 2     |
| 0.009 3 | 0.001 8     |
| 0.054   | 0.004       |

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、钪、钒、铌、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、钆量的测定;
- 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: $w_C \leq 0.0008\%$ ,  $w_S \leq 0.0008\%$ 。
- 3.2 锡助熔剂: $w_C \leq 0.0008\%$ ,  $w_S \leq 0.0008\%$ 。
- 3.3 纯铁助熔剂: $w_C \leq 0.0008\%$ ,  $w_S \leq 0.0008\%$ 。
- 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。