



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.4—2003

代替 GB/T 12690.12—1990

GB/T 15917.4—1995

---

## 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

Chemical analysis methods for  
non-rare earth impurities of rare earth metals and their oxides—  
Determination of oxygen and nitrogen content—  
Impulse-infrared and impulse-thermal conductance absorption method

2003-11-18 发布

2004-06-01 实施

---

中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

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  
氧、氮量的测定  
脉冲-红外吸收法和脉冲-热导法

GB/T 12690.4—2003

\*

中国标准出版社出版发行  
北京西城区复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

<http://www.bzeps.com>

电话:63787337、63787447

2004年6月第一版 2004年11月电子版制作

\*

书号: 155066·1-20743

如有排版错误 由本社负责解决  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533

## 前 言

本标准是在 GB/T 12690.12—1990,GB/T 15917.4—1995 的基础上进行修订的,修订后的标准扩展了稀土元素的测定范围。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由国家发展计划委员会稀土办公室提出。

本标准由全国稀土标准化技术委员会归口。

本标准由包头稀土研究院起草。

本标准由中核集团公司二〇二厂、北京有色金属研究总院参加起草。

本标准主要起草人:张利群、张志刚。

本标准主要验证人:王虹、周海收、王启芳。

本标准由全国稀土标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 12690.12—1990、GB/T 15917.4—1995。

# 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

## 1 范围

本部分规定了稀土金属中氧、氮含量的测定方法。

本部分适用于稀土金属中氧、氮含量的测定。测定范围(质量分数):氧 0.010%~0.30%;氮 0.0020%~0.20%。

## 2 方法原理

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气析出,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。

## 3 试剂与材料

3.1 锡粒。

3.2 四氯化碳。

3.3 高纯氮气(纯度 $\geq 99.99\%$ )。

3.4 坩埚。

3.5 标准样品。

3.5.1 在含氧量(质量分数)0.010%~0.30%范围内选择三个合适的国家级或行业级金属标准样品。

3.5.2 在含氮量(质量分数)0.0020%~0.20%范围内选择三个合适的国家级或行业级金属标准样品。

3.6 镍片。

## 4 仪器

脉冲-红外仪。

脉冲炉:温度大于 2 000℃,检测器灵敏度:0.001  $\mu\text{g/g}$ 。

仪器工作条件参见附录 A(资料性附录)。

## 5 试样

5.1 测氧时,试样用锉刀打磨出新鲜表面,深度剥离后剪成小块,用四氯化碳(3.2)清洗、风干,贮存在干燥器中备用。加工处理试样时,确保试样清洁,防止沾污。

5.2 测氮时,试样用锉刀打磨出新鲜表面,深度剥离后钻成屑状,用四氯化碳(3.2)清洗、风干,贮存在干燥器中备用。加工处理试样时,确保试样清洁,防止沾污。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

6.1.1 测氧时,称取 0.050 g~0.150 g 试样(5.1),精确至 0.001 g。