



中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.2—2015
代替 GB/T 12690.2—2002

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质 化学分析方法 第2部分： 稀土氧化物中灼减量的测定 重量法

Chemical analysis methods for non-rare earth impurity of
rare earth metals and their oxides—Part 2: Determination of ignition
loss content of rare earth oxides—Gravimetric 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；
钴、锰、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：钛量的测定；
- 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：稀土金属中铌、钽量的测定；
- 第 18 部分：锆量的测定。

本部分为 GB/T 12690 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分是对 GB/T 12690.2—2002《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 重量法测定稀土氧化物中灼减量》的修订。本部分与 GB/T 12690.2—2002 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 缩小了测定范围，由 0.10%~20.00% 变为 0.10%~15.00%；
- 增加了质量保证和控制（见第 9 章）。

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：赣州有色冶金研究所。

本部分参加起草单位：北京有色金属研究总院、江西南方稀土高技术股份有限公司、广东珠江稀土有限公司。

本部分主要起草人：邝静、肖娟、刘冰、梁志杰、郭才女、钟婷、林庆、杨峰、赖剑、刘鹏宇、鲍叶琳。

本部分所代替标准的历次发布情况为：

——GB/T 12690.2—2002。

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质
化学分析方法 第2部分：
稀土氧化物中灼减量的测定 重量法

1 范围

GB/T 12690 的本部分规定了稀土氧化物中灼减量的测定方法。本部分适用于稀土氧化物灼减量的测定。测定范围:0.10%~15.00%。

2 方法提要

试料经 950 °C 灼烧,由灼烧前后质量的差值计算灼减量

3 仪器与设备

- 3.1 分析天平:分度值 0.000 1 g。
3.2 高温炉:温度 \geq 1 000 ℃。

4 试样

将试样研磨后，在干燥箱内于 105 ℃~110 ℃烘 1 h，置于干燥器中冷却至室温，立即称量。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1.50 g~2.00 g 试样(见第 4 章), 精确至 0.000 1 g。

5.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值

5.3 测定

- 5.3.1 将试料(见 5.1)置于已在 950 ℃烧至恒重的瓷坩埚或铂金坩埚中,于 950 ℃灼烧 1 h。取出,稍冷,置于干燥器中冷却至室温,称重。

5.3.2 重复 5.3.1 的操作,直至瓷坩埚及灼烧物的质量恒定。

6 分析结果的计算与表述

按式(1)计算灼减量的质量分数,数值以%表示:

$$w = \frac{m_0 + m_2 - m_1}{m_0} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

- w ——灼减量的质量分数，%；
- m_1 ——灼烧后坩埚及烧成物的质量，单位为克(g)；
- m_2 ——空坩埚的质量，单位为克(g)；
- m_0 ——试料的质量，单位为克(g)。

7 精密度

7.1 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

灼减量质量分数/%	重复性限 r /%
0.16	0.06
3.25	0.14
9.44	0.23

注：重复性限(r)为 $2.8 \times Sr$, Sr 为重复性标准差。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表2所列允许差。

表 2

灼减量质量分数/%	允许差/%
0.10~1.00	0.10
>1.00~3.00	0.20
>3.00~8.00	0.25
>8.00~15.00	0.30

9 质量保证和控制

分析时，用标准样品或控制样品进行校核，或每月至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。

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2部分：

稀土氧化物中灼减量的测定 重量法

GB/T 12690.2—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 8千字

2015年10月第一版 2015年10月第一次印刷

*

书号：155066·1-52506

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 12690.2-2015