

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。

6.1.2 测氮时,称取 0.060 g~0.070 g 试样(5.2),精确至 0.001 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 仪器准备

6.3.1 仪器的净化设备及除尘用的各种试剂应能正常使用。

6.3.2 按仪器说明书的要求启动仪器,预热。

6.3.3 参照附录 A 确定测定条件。

6.4 校正空白

6.4.1 打开脉冲炉,将坩埚(3.4)置于下电极,测氧时,将 0.2 g~0.5 g 锡粒(3.1)置于装样器内;测氮时将 1.0 g~2.0 g 镍片(3.6)置于装料器内。

6.4.2 下电极上升,坩埚(3.4)脱气,加热熔融,显示空白值。重复测定 3 次~5 次锡粒(3.1),其氧的平均空白值(质量分数)≤0.002 5%;重复测定 3 次~5 次镍片(3.6),其氮的平均空白值(质量分数)≤0.000 25%时,方可进行下步测定。

6.5 校正仪器

分别称取标准样品(3.5.1)、(3.5.2)各 3 份,按 6.6.1~6.6.2 校正仪器。

6.6 测定

6.6.1 打开脉冲炉,将坩埚(3.4)置于下电极,测氧时,将试料(6.1.1)及 3 倍试料量的锡粒(3.1)依次置入装样器内;测氮时,用 2.5 倍试料(6.1.2)量的镍片(3.6)包裹试料(6.1.2)置入装料器内。

6.6.2 下电极上升,坩埚(3.4)脱气,测氧时,试料(6.1.1)与锡粒(3.1)同时进入坩埚(3.4);测氮时,试料(6.1.2)与镍片(3.6)同时进入坩埚(3.4),加热熔融,由仪器显示测定值。

7 分析结果的计算

7.1 按式(1)计算氧的质量分数,数值用%表示:

$$w(O) = C_2 - 3.0 \times C_1 \quad \cdots \cdots \cdots (1)$$

式中:

- C_1 ——空白试验氧的含量(质量分数),单位为%;
- C_2 ——锡粒和试料中氧的含量(质量分数),单位为%;
- 3.0——锡粒助熔剂与试料的质量比。

7.2 按式(2)计算氮的质量分数,数值用%表示:

$$w(N) = C_2 - 2.5 \times C_1 \quad \cdots \cdots \cdots (2)$$

式中:

- C_1 ——空白试验氮的含量(质量分数),单位为%;
- C_2 ——镍片和试料中氮的含量(质量分数),单位为%;
- 2.5——镍片助熔剂与试料的质量比。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值的范围内,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)时的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 1 数据采用线性内插法求得:

表 1

样品名称	测定元素	含量(质量分数)/%	重复性限 r /%
金属铍	氧	0.009 9	0.002 5
金属钼	氧	0.14	0.011
金属钒	氧	0.31	0.028
金属钎	氮	0.009 0	0.001 4
金属钇	氮	0.042	0.001 7
金属锆	氮	0.18	0.017
注:重复性限(r)为 $2.8 \times s_r$, s_r 为重复性标准差。			

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

测定元素	含量(质量分数)范围/%	允许差/%
氧	0.010~0.050	0.005
	>0.050~0.100	0.015
	>0.100~0.200	0.025
	>0.200~0.300	0.050
氮	0.002 0~0.005 0	0.001 5
	>0.005 0~0.010 0	0.003 0
	>0.010 0~0.050	0.005
	>0.050~0.100	0.015
	>0.100~0.20	0.035

9 质量保证和控制

每周用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时,应首先使用)校核一次本标准分析方法的有效性,当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。

附 录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

仪器工作条件见表 A.1。

表 A.1

载气	载气流量/ (mL/min)	脱气功率/ kW	脱气时间/ s	分析功率/ kW	分析时间/ s
氮(纯度≥99.99%)	400	7.0	30	5.0	30
