稀土国家标准《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》（预审稿） 编制说明

一、工作简况

1.1立项目的

稀土氧化物和稀土金属是重要的稀土产品，是磁性材料(钕铁硼磁性材料、钐钴磁性材料)、稀土发光材料、稀土抛光材料、稀土磁制冷材料、稀土贮氢材料、稀土荧光材料、稀土发热材料、稀土催化材料、PVC稀土助剂等稀土新材料的关键原料，同时高纯稀土金属和高纯稀土氧化物本身就是重要的稀土新材料。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》（GB/T12690系列）作为基础类的分析方法标准，对整个稀土行业中生产量和贸易起到举足轻重的作用。

近年来，我国的稀土行业分析标准体体系逐渐建立，随着稀土行业的发展、稀土新材料产业的兴起，对标准分析方法提出了更高的要求，同时分析仪器和检测技术的进步，也为标准分析方法的进一步修订提高提供了可能。自2013年起，稀标委已就国家标准《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法》（GB/T12690系列）中需要修订的部分着手进行修订，以满足行业发展需要，更好的为稀土新材料产业发展提供支持。

稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法第4部：氧、氮量的测定 脉冲-红外吸收法和脉冲-热导法（GB/T 12690.4-2003）2003年发布，该版标准发布已超过14年，随着新的分析技术的发展和新产品的出现，尤其是高纯稀土金属是中国制造2025的重点方向，2003版标准的仪器参数、测定范围等已不能满足目前行业发展和市场需求，亟需修订。

1.2任务来源

包头稀土研究院于2018年向稀标委提出了《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》的修订建议，于2018底获得批复。全国稀土标准化技术委员会于2019年1月23日在浙江省宁波市召开了《钪稳定铈锆复合粉》等11项稀土国家、行业标准任务落实会，确定由包头稀土研究院负责国家标准《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》的修订与制定。项目编号为20184317-T-469，计划完成时间为2020年7月底。项目内容及验证单位情况见表1。

表1

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 计划号 | 项目名称 | 起草单位 | 第一验证单位 | 第二验证单位 |
| 20184317-T-469 | 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 | 包头稀土研究院 | 国合通用测试评价认证股份公司  钢研纳克检测技术股份有限公司 | 包头稀土研究院天津分院、湖南稀土金属材料研究院、内蒙古自治区稀土产品质量监督检验研究院(国家稀土产品质量监督检验中心)、厦门长汀金龙稀土有限公司 |

1.3标准项目编制工作组单位简况

包头稀土研究院成立于1963年，直属原冶金工业部。1992年进入包钢（集团）公司，是全国最大的综合性稀土科技研发机构。本院是以稀土资源的综合开发、利用为宗旨，以稀土冶金、环境保护、新型稀土功能材料及在高新技术领域的应用、稀土提升传统产业的技术水平、稀土分析检测、稀土情报信息为研究重点的多专业、多学科的综合性研发机构。目前，全院形成规范的母子公司体系，拥有以科技开发和行业服务及生产经营为主的全资、控股、参股公司13家。本院建有国家级“稀土冶金及功能材料国家工程研究中心”、“北方稀土行业生产力促进中心”和“白云鄂博稀土资源研究与综合利用国家重点实验室”；内蒙古自治区级“内蒙古希苑稀土功能材料工程技术研究中心”、“内蒙古自治区稀土生产力促进中心”、“内蒙古自治区稀土高温冶金工程技术研究中心”以及“内蒙古自治区铌冶金工程实验室”。 包头稀土研究院理化检测中心是本院的重要组成部分，拥有中国合格评定国家认可实验室认证（CNAS）、内蒙古技术监督局的计量认证（CMA）、全国分析检测人员能力培训和考核中心（NTC）等资质。主要从事稀土矿石、合金、金属、化合物及稀土新材料的检测工作，同时承接黑色金属、有色金属、选冶、新材料、土壤、铝材和生物样品的分析检测工作，出色地完成了大量国内外委托的检测业务。建院以来承担多项国家/行业标准分析方法的研究和标准样品的研制工作，在国内稀土产品检测领域地位突出。截止目前，理化检测中心完成国家/行业标准分析方法的相关起草工作100多项，曾获七五、八五攻关科研奖，多次获得中国有色金属工业科学技术二、三等奖等荣誉。基于包头稀土研究院长期在稀土湿法冶炼、环境保护、标准起草等方面积累的丰富经验，该项目实施期间，包头稀土研究院借鉴已有科研成果、发挥自身优势保证项目顺利推进。

1.4主要工作过程

1.4.1国内外标准的收集

本标准是基于GB/T 12690.4-2003进行修订的，未查到其它与本标准完全一致的国内或国外标准。

1.4.2主要工作过程

——2019年1月，全国稀土标准化化技术委员会召开任务落实会，确定由包头稀土研究院起草本标准，国合通用测试评价认证股份公司、钢研纳克检测技术股份有限公司、包头稀土研究院天津分院、湖南稀土金属材料研究院、内蒙古自治区稀土产品质量监督检验研究院(国家稀土产品质量监督检验中心)、厦门长汀金龙稀土有限公司等6家单位参与起草验证。

——2019年2月至2019年8月研制统一样品，准备相关材料，负责起草单位根据试验方案进行不同的方法试验，完成试验报告和标准征求意见稿的编写工作。

——2019年9月初，将试验样品和试验报告寄发给有关验证单位，进行方法的验证和征求意见稿的意见征求工作。

——2020年1月上旬各相关验证单位完成一验和二验相关工作，返回验证报告和意见。完成精密度试验和数据统计工作。根据征求意见，修改征求意见稿并形成预审稿。

——2020年5月底，在北方稀土技术中心的主持下，邀请北方稀土的标准专家就相关研究内容进行答辩，在专家意见的基础上，修改征求意见稿并形成预审稿。

1.4.3参加稀土标委会工作会议情况

二、标准编制原则和主要内容

2.1 编制原则

2.1.1标准的格式严格按照GB/T 1.1-2009《标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写》的规定进行。

2.1.2根据测定元素的不同，最终确定各元素测定方法的允许差。

2.1.3根据目前稀土金属及其氧化物的生产、应用和贸易要求确定分析方法及测定范围。

本系列标准选择方法的原则主要考虑方法的适用性、准确性和一定的先进性。

2.2标准技术内容说明

试料经过前处理后，在惰性气体气氛下，通过高温熔融石墨坩埚中的试料，把试料中各种形态氧经过氧化提取出来。经吸收、分离等不同流程去除其他杂质干扰后，氧提取物通过红外吸收方法获得检测。

通过本次修订，扩展了方法的检测范围：氧 0.0050%～0.30%，氮 0.0020%～0.20%。现行标准测氧时使用锡粒助熔，测氮时使用镍片助熔，不方便，本次修订统一修改为使用镍囊包裹和助熔样品。

三、主要试验的分析、综述报告

3.1测定原理

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。

3.2条件实验

3.2.1空白试验和助溶剂对比试验

现行标准中采用锡粒作为助溶剂测定氧量、镍片作为助溶剂测定氮量，本方法采用带盖镍囊包裹样品同时测定氧、氮含量。因此需比较镍囊、锡粒、镍片三种助溶剂引入的空白值。使用0.3g助熔剂，测定镍囊、锡粒、镍片的空白数据。通过空白试验和助溶剂对比试验，镍囊比锡粒和镍片的空白值稳定且氧、氮含量较低；镍囊在熔融样品释放氧、氮方面比锡粒和镍片效果好，所以本方法选用镍囊做为助熔剂。

3.2.2 称样量试验

称样量的不同对测定结果的影响较大。称样量过高，则样品在有限的助熔剂中熔融效果不好；称样量过低，则样品代表性不够，测定结果不稳定；所以采用0.10-0.16g作为本实验的最佳称样量。

3.2.3 精密度试验

因为稀土金属及其氧化物涉及的试样种类较多，试验选取金属铈、金属钆、金属镝作为统一样，包含了轻、中、重稀土金属，具有一定的代表性。

由于统一样中没有高氮含量的样品，故选择金属镝统一样加标的方法进行精密度试验。

由精密度结果可看出，统一样样品的氧、氮含量范围从0.010 %左右到0.30 %左右，相对标准偏差均小于10%，满足分析检测的要求。

3.2.4 回收率试验

在选定的测定条件下，在金属钆样品中加入氧、氮标准样品，进行标准加入回收实验。回收率结果在95 %~105 %之间，满足分析检测的要求。

四、标准水平分析

本标准修订过程中，由起草单位对国际、国内标准进行了查阅和调研，修订后的方法更能紧密联系实际，充分考虑了检测仪器设备的性能更新，进一步扩展了方法的检测范围，更新了助溶剂的种类，提升了检测结果的可靠性。本标准达到国内领先，国际先进水平。

五、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本部分标准完全满足现行国家法规的要求，适用于稀土金属中氧、氮元素的测定；测定范围合理，准确度和精密度完全满足各类稀土金属产品标准技术要求，具有快速、准确的特点。标准文本内容表述合理，格式规范。

六、标准中如涉及专利，应有明确的知识产权说明

本标准不涉及专利。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

八、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

本标准建议作为推荐性国家标准来制定。

九、贯彻标准的要求和措施建议，包括：

——组织措施

标准颁布实施后，需要国家有关部门组织大力宣传和贯彻，主办各种形式的培训班，使相关企业及相关贸易单位能够积极主动地解读标准内容，充分认识和理解制订的标准条款，进而加以应用。

——技术措施

标准颁布实施后，首先保证氧氮分析仪的各项参数能保证检测要求，加强操作人员对仪器使用及维护保养的培训，学习掌握样品前处理技术，加强对仪器设备的使用管理，定期对仪器进行维护保养并记录。

——过渡办法

自本标准发布日起至实施日止，为标准的过渡期，在此期间，新旧版标准都被视为有效。

十、废止现行有关标准的建议

本标准发布实施之日起，旧版本自然废止。

十一、其他应予说明的事项

新版标准更新了检测范围和助溶剂的种类，适用范围更广，方法更加快捷、高效，满足检测市场上更多客户的需求，便于数据检测向产业化发展，预计未来可产生可观的经济效益。

包头稀土研究院

二〇二〇年四月一日