

**国家市场监督管理总局**

**国家标准化管理委员会**发布

20XX-XX-XX实施

20XX-XX-XX发布

**稀土铁合金化学分析方法**

**第5部分：氧量的测定**

**脉冲-红外吸收法**

Chemical analysis method for rare earth iron intermediate alloy—

Part 5: Determination of oxygen content—

Impulse-infrared absorption method

(预审稿)

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

CCSH 14

**GB/T 26416.5—202x**

代替GB/T 26416.5-2010

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规则起草。

本文件是GB/T 26416《稀土铁合金化学分析方法》的第5部分。GB/T 26416已发布了以下部分：

第1部分：稀土总量的测定 草酸盐重量法；

第2部分：稀土杂质含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

第3部分：钙、镁、铝、镍、锰、钛、钼、钨含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

第4部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；

第5部分：氧含量的测定 脉冲-红外吸收法；

本文件代替GB/T 26416.5-2010《镝铁合金化学分析方法 第5部分：氧量的测定 脉冲-红外吸收法》。与GB/T 26416.5-2010 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a）助熔剂由带盖镍囊更改为镍篮或镍囊。

b）更改了称样量，由0.1-g～0.2g更改为0.10g～0.30g。

c）测试范围由0.010%～0.50%更改为0.0070%～0.60%

d）更改了样品制备要求。

本文件由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出。

本文件由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）归口。

本文件起草单位：国家钨与稀土产品质量监督检验中心、全南县新资源稀土有限责任公司、虔东稀土集团股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司（有色金属质量监督检验中心）、江阴加华新材料资源有限公司

本文件主要起草人：

本文件及所代替或废止的文件的历次版本发布情况为：

——GB/T 26416.5-2010

——本次为第一次修改。

稀土铁合金化学分析方法

第5部分：氧量的测定

脉冲-红外吸收法

1 范围

本文件规定了稀土铁合金中氧含量的测定方法。

本文件适用于稀土铁合金中氧含量的测定方法。测定范围：0.0070%～0.60 %。

2规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4原理

将试样与助熔剂加入高温脱气石墨坩埚中，在惰性气体（氦气或氩气）保护下加热熔融，试样中氧与石墨坩埚中碳结合生成一氧化碳和少量二氧化碳，混合气体被载气载入红外检测器，一氧化碳直接检测或经加热的氧化铜转化成二氧化碳后被检测，最终，由计算系统通过与标准样品氧量比对给出试样氧含量。

5试剂或材料

5.1 丙酮或四氯化碳。

5.2镍篮或镍囊：ω（O）≤0.0010 %。

5.3 石墨坩埚。

5.4 标准样品：在氧含量0.0070%~0.60 %范围内选择合适的标准样品

5.5 高纯氦气或氩气：纯度≥99.999%。

6仪器设备

6.1脉冲-红外氧氮仪

6.2脉冲炉：温度大于2 000℃，检测器灵敏度0.001μg/g

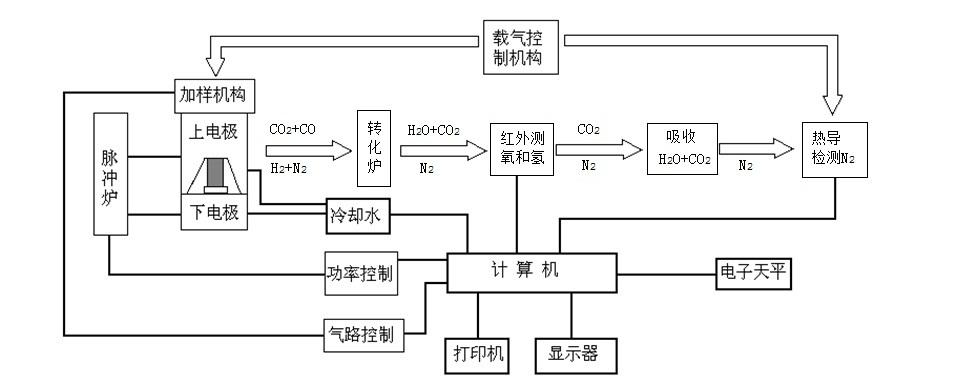


图1 氧氮仪工作原理图

7样品

样品呈块状或片状，先打磨、剥皮，深度剥离后露出新鲜光亮的表面，再剪成小块，放入丙酮或四氯化碳（5.1）中保存。测量前取出，快速吹干。在10分钟以内测试。

**注：加工、处理试样时，确保试样清洁，防止污染。**

8试验步骤

8.1 试料

称取0.10~0.30g试样（7），精确至0.0001g。后置于镍篮或镍囊（5.2）中，并排出空气。

8.2 平行试验

称取两份试料（8.1）进行平行测定，取其平均值。

8.3空白试验

打开脉冲炉，将将镍篮或镍囊（5.2）投入加料器中，打开脉冲炉，将石墨坩埚（5.3）置于下电极。下电极上升，石墨坩埚（5.3）脱气，加热熔融，脉冲-红外氧氮仪（6）显示空白值，重复测定3~5次，取平均值。

8.4工作曲线的绘制

称取三个适当含量的标准样品（5.4）于镍篮或镍囊（5.2）内，按（8.5）操作方法校正工作曲线。

8.5测定

将试料（8.1）投入加料器中，打开脉冲炉，将石墨坩埚（5.3）置于下电极。闭合下电极，分析自动进行，坩埚（5.3）脱气后，试料（8.1）进入石墨坩埚（5.3）中加热熔融，由脉冲-红外氧氮仪（6）显示测定值。

9 试验数据处理

氧含量以氧的质量分数计，按公式（1）计算：

¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨（1）

式中：

*w*1——空白试验氧质量分数，单位为百分数（%）；

*w*2——镍篮或镍囊和试料中氧、氮质量分数，单位为百分数（%）；

*a* ——镍篮或镍囊与试料的质量比（在1.2~3.0之间）。

计算结果保留两位有效数字。

10 分析结果的表示

　　同一试样两次独立分析结果差值的绝对值不大于重复性限r，则取算数平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于重复性限r，则按照附录A的规定追加测定次数并确定分析结果。

11 精密度

11.1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重复性限

|  |  |
| --- | --- |
| 氧量  （质量分数）/ % | 重复性限（*r*） |
| 0.022 | 0.0011 |
| 0.039 | 0.0014 |
| 0.042 | 0.0012 |
| 0.047 | 0.0016 |
| 0.080 | 0.0016 |
| 0.193 | 0.0037 |

11.2再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（R）,超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表2数据采用线性内插法求得。

表2再现性限

|  |  |
| --- | --- |
| 氧量  （质量分数）/ % | 再现性限（*R*） |
| 0.0070~0.030 | 0.0038 |
| >0.030~0.050 | 0.0068 |
| >0.050~0.10 | 0.012 |
| >0.010~0.20 | 0.015 |
| >0.20 | 0.02 |

12 试验报告

试验报告应包括下列信息：

a)测试实验室名称和地址；

b)试验报告发布日期；

c)本标准的编号；

d)试样本身必要的详细说明；

e)分析结果；

f)标准样品名称和结果；

g)测定过程中存在的任何异常特性和在本标准中没有规定的可能对试样或标准样品的分析结果产生影响的任何操作。

**附录A**

**试样分析值接受程序流程图**

(规范性附录)

从独立的重复结果开始

测定X1、X2

是



| X1-X2|≤r

否

再次测定X3

Xmax-Xmin≤1.2 r

是



否

再次测定X4

Xmax-Xmin≤1.3 r

是



否

 中位值（X1,X2,X3 ,X4）

**附录B**

（资料性）

精密度数据是在2020年由7家实验室对钬铁、钕铁、镧铈铁、镝铁等6个不同氧含量水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平样品的氧含量在重复性条件下独立测定7次。测量的原始数据见表，结果单位为%。精密度数据结果根据拉依达准则，将组内超过两倍标准偏差的数据作为异常值舍去。

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 水平数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 1 | 0.0433 | 0.0432 | 0.0428 | 0.0417 | 0.0426 | 0.041 | 0.0417 |
| 2 | 0.0511 | 0.0484 | 0.0456 | 0.0453 | 0.0511 | 0.0487 | 0.0492 |
| 3 | 0.0211 | 0.0224 | 0.022 | 0.0231 | 0.0226 | 0.0229 | 0.0235 |
| 4 | 0.0387 | 0.0387 | 0.0383 | 0.0371 | 0.0402 | 0.0408 | 0.0401 |
| 5 | 0.0777 | 0.0821 | 0.0821 | 0.0795 | 0.0803 | 0.0797 | 0.0797 |
| 6 | 0.195 | 0.195 | 0.195 | 0.190 | 0.192 | 0.185 | 0.190 |
| 2 | 1 | / | / | / | / | / | / | / |
| 2 | 0.0517 | 0.0498 | 0.0454 | 0.0473 | 0.0531 | 0.0511 | 0.0194 |
| 3 | 0.0206 | 0.0199 | 0.0203 | 0.0219 | 0.0221 | 0.0197 | 0.0411 |
| 4 | 0.0403 | 0.0377 | 0.0382 | 0.0412 | 0.0397 | 0.0402 | 0.0802 |
| 5 | 0.079 | 0.0822 | 0.083 | 0.0801 | 0.0814 | 0.0804 | 0.0802 |
| 6 | 0.197 | 0.203 | 0.201 | 0.203 | 0.196 | 0.193 | 0.195 |
| 3 | 1 | 0.0412 | 0.0409 | 0.0398 | 0.0417 | 0.042 | 0.0401 | 0.0411 |
| 2 | 0.0467 | 0.048 | 0.0488 | 0.0499 | 0.0472 | 0.0481 | 0.049 |
| 3 | 0.0219 | 0.0202 | 0.0231 | 0.0198 | 0.0216 | 0.0204 | 0.021 |
| 4 | / | / | / | / | / | / | / |
| 5 | 0.0772 | 0.0767 | 0.0784 | 0.0794 | 0.0832 | 0.0783 | 0.0792 |
| 6 | / | / | / | / | / | / | / |
| 4 | 1 | 0.0382 | 0.0375 | 0.0394 | 0.0399 | 0.0404 | 0.0385 | 0.0405 |
| 2 | / | / | / | / | / | / | / |
| 3 | / | / | / | / | / | / | / |
| 4 | / | / | / | / | / | / | / |
| 5 | 0.076 | 0.0726 | 0.0778 | 0.0764 | 0.0771 | 0.0737 | 0.0737 |
| 6 | 0.191 | 0.199 | 0.193 | 0.190 | 0.191 | 0.191 | 0.192 |
| 5 | 1 | / | / | / | / | / | / | / |
| 2 | 0.0504 | 0.05 | 0.0463 | 0.0481 | 0.046 | 0.0468 | 0.0451 |
| 3 | 0.0228 | 0.0219 | 0.023 | 0.0227 | 0.0209 | 0.0235 | 0.0237 |
| 4 | 0.0408 | 0.0392 | 0.0363 | 0.0381 | 0.0395 | 0.0377 | 0.0389 |
| 5 | / | / | / | / | / | / | / |
| 6 | 0.188 | 0.180 | 0.190 | 0.187 | 0.189 | 0.187 | 0.182 |
| 6 | 1 | 0.0467 | 0.0436 | 0.0427 | 0.0436 | 0.0445 | 0.0455 | 0.0409 |
| 2 | 0.0433 | 0.0416 | 0.0421 | 0.0455 | 0.0426 | 0.0427 | 0.04411 |
| 3 | 0.0299 | 0.0298 | 0.0305 | 0.0275 | 0.0281 | 0.0283 | 0.028 |
| 4 | 0.0395 | 0.0358 | 0.0368 | 0.0335 | 0.0369 | 0.0395 | 0.0377 |
| 5 | / | / | / | / | / | / | / |
| 6 | 0.201 | 0.199 | 0.199 | 0.196 | 0.191 | 0.202 | 0.206 |
| 7 | 1 | 0.0433 | 0.0416 | 0.0421 | 0.0455 | 0.0406 | 0.0427 | 0.0471 |
| 2 | / | / | / | / | / | / | / |
| 3 | 0.0213 | 0.0204 | 0.0205 | 0.0202 | 0.0208 | 0.0202 | 0.0209 |
| 4 | 0.0347 | 0.035 | 0.0362 | 0.0342 | 0.0371 | 0.0346 | 0.0347 |
| 5 | 0.0767 | 0.0769 | 0.0768 | 0.0777 | 0.0797 | 0.0781 | 0.0787 |
| 6 | / | / | / | / | / | / | / |