



中华人民共和国国家标准

GB/T 26416.5—2022

代替 GB/T 26416.5—2010

稀土铁合金化学分析方法 第 5 部分：氧含量的测定 脉冲-红外吸收法

Chemical analysis method for rare earth ferroalloy—
Part 5: Determination of oxygen content—
Impulse-infrared absorption method

2022-12-30 发布

2023-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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》的规定起草。

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；
- 第 2 部分：稀土杂质含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 3 部分：钙、镁、铝、镍、锰量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 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《镉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) 更改了氧含量的测定范围(质量分数)，由“0.010%~0.50%”更改为“0.005 0%~0.60%”(见第 1 章，2010 年版的第 1 章)；
- b) 更改了清洗剂，将“四氯化碳”更改为“丙酮”(见 5.1，2010 年版的 3.2)；
- c) 更改了助熔剂，将“带盖镍囊”更改为“镍篮或镍囊”(见 5.2，2010 年版的 3.1)；
- d) 更改了气体，将“高纯氦气”更改为“高纯氦气或氩气”(见 5.5，2010 年版的 3.3)；
- e) 更改了称样量，将“0.1 g~0.2 g”更改为“0.1 g~0.3 g”(见 8.1，2010 年版的 6.1)；
- f) 更改了样品制备要求，增加了针对不同形态试样的处理方式(见第 7 章，2010 年版的第 5 章)；
- g) 更改了“精密度”，并将“允许差”更改为“再现性”(见第 10 章，2010 年版的第 8 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)提出并归口。

本文件起草单位：国家钨与稀土产品质量监督检验中心、赣州晨光稀土新材料有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、内蒙古自治区稀土产品质量监督检验研究院、国标(北京)检验认证有限公司、有研稀土新材料股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心。

本文件主要起草人：徐娜、李平、谢敏、蒋威、陈文、凌细平、陈燕、温斌、龚雪颖、谢宝平、王长华、李双爱、庄艾春、王鹏宇、张龙菁、江媛、白伟华、李继东。

本文件于 2010 年首次发布，本次为第一次修订。

引 言

本文件所指稀土铁合金为铁与一种或多种稀土元素组成的中间合金,一般采用熔盐电解法或熔配法制得,主要作为添加剂用于钕铁硼永磁材料、磁致伸缩材料、光磁记录材料等磁性材料或作为脱氧剂、添加剂等用于钢铁冶炼。化学成分是稀土铁合金的重要考核指标。GB/T 26416 整合了行业标准XB/T 616—2012《钕铁合金化学分析方法》、XB/T 621—2016《钕铁合金化学分析方法》、XB/T 623—2018《钕铁合金化学分析方法》、XB/T 624—2018《钕铁合金化学分析方法》等,建立针对目前所有实现规模化生产的稀土铁合金(包括镧铁、钕铁、镧钕铁、钕铁、镨铁、钕铁、钕铁和钕铁等)生产、应用中需要考核的指标的化学分析方法标准,包括稀土总量、稀土杂质含量、非稀土杂质含量的检测等。根据检测对象和检测手段的不同以及基体的差异等,GB/T 26416 拟由 9 个部分构成:

- 第 1 部分:稀土总量的测定;
- 第 2 部分:稀土杂质含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;
- 第 3 部分:钙、镁、铝、镍、锰量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;
- 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;
- 第 6 部分:钨、钨、钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;
- 第 7 部分:碳、硫量的测定 高频-红外吸收法;
- 第 8 部分:硅量的测定 光度法;
- 第 9 部分:磷量的测定 钼磷钼蓝分光光度法。

上述各个部分标准通过明确适用范围、规范试剂、材料、试验设备和步骤,并经过多家实验室反复试验和验证给出精密度数据,增强了不同试验室间数据的一致性和可比性,为稀土铁合金的品质核查建立严谨、规范的标准化工作基础。

本次对 GB/T 26416.5 的修订将测定范围由镨铁增加到钕铁、镧铁、钕铁、镧钕铁等稀土铁合金,归纳了针对不同稀土铁合金氧含量测试方法的共性技术要点,规范了测试步骤,为稀土铁中间合金中氧含量测定提供了快捷、准确的方法依据。本文件中的精密度数据是在 2020 年由 7 家实验室对钕铁合金、钕铁合金、镧钕铁合金、镨铁合金等 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,共同试验数据按照 GB/T 6379.2 进行统计分析。

稀土铁合金化学分析方法

第5部分:氧含量的测定

脉冲-红外吸收法

1 范围

本文件描述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。测定范围(质量分数):0.005 0%~0.60%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 8170 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 方法提要

将试料与助熔剂加入高温脱气后的石墨坩埚中,在氦气或氩气保护下加热熔融。试料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,直接检测一氧化碳或检测一氧化碳经加热的催化炉转化成的二氧化碳,由分析软件通过与标准样品中的氧含量对比得出试料的氧含量。

5 试剂或材料

5.1 丙酮。

5.2 镍篮或镍囊: $w_{(O)} \leq 0.001 0\%$ 。

5.3 石墨坩埚:光谱纯。

5.4 标准样品:在氧含量(体积分数)0.005 0%~0.60%范围内选择合适的标准样品。

5.5 高纯氦气或氩气(体积分数 $\geq 99.999\%$)。

6 仪器设备

6.1 脉冲-红外测氧仪:温度大于2 000 °C,检测器灵敏度为0.01 $\mu\text{g/g}$ 。

6.2 电子天平:分度值为0.1 mg。