××××-××-××实施

××××-××-××发布

草酸稀土化学分析方法

灼减量的测定 重量法

Chemical analysis method of rare earth oxalate－

Determination of loss on ignition - Gravimetric method

（预审稿）

中华人民共和国稀土行业标准

ICS 77.120.99

H65

XB

XB/T 611—202X

 代替XB/T 611-2009

**中华人民共和国工业和信息化部** 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。

本文件替代XB/T 611-2009《草酸稀土化学分析方法灼减量的测定 重量法》，与XB/T 611-2009相比，除结构调整和编辑型改动外，主要技术变化如下：

1. 更改了草酸稀土灼减量的测定范围（见第1章，2009年版的第1章）；
2. 增加了规范性引用章节（见第2章）；
3. 增加了术语与定义章节（见第3章）；
4. 增加了仪器设备电子天平和干燥箱（见5.1、5.3）；
5. 更改了仪器设备，将“铂金皿”更改为“坩埚：铂金坩埚或瓷坩埚”（见5.4，2009年版的3.2）；
6. 更改了试验步骤，以水分50%为界限，不同水分的试样进行不同的操作（见7.3，2009年版的5.3）
7. 更改了灼减量的计算公式（见第8章，2009年版的第6章）；
8. 更改了精密度,将“允许差”更改为“再现性”（见第9章，2009年版的第7章）；
9. 删除了质量保证和控制章节（见2009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：

本文件主要起草人：

本文件于2009年首次发布，本次为第1次修订。

草酸稀土化学分析方法

灼减量的测定 重量法

1. 范围

本文件描述了草酸稀土灼减量的测定方法。

本文件适用于草酸稀土灼减量的测定。测定范围（质量分数）：35.00 %~75.00 %。

1. 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 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 方法提要

试样经950 ℃灼烧至质量恒定，用灼烧前后质量的差值计算灼减量。

1. 仪器设备

5.1 电子天平：分度值0.1 mg。

5.2 高温炉：温度>1000 ℃。

5.3 干燥箱: 温度>110 ℃。

5.4 坩埚：铂金坩埚或瓷坩埚。

1. 试样

试样应密封封装，试样开封前应混匀，开启后立即称量。

1. 试验步骤

7.1 试料

称取20 g试样（6），精确至0.0001 g。

7.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

7.3 测定

7.3.1 水分小于50%试样的测定：

将试料（7.1）置于已在950℃灼烧至恒重的带盖坩埚（5.4）中，于950℃的高温炉（5.2）中灼烧1 h，取出，稍冷，置于干燥器中，冷却至室温，立即称灼烧后的氧化稀土与坩埚的总质量。重复950℃灼烧操作，直至坩埚连同烧成物质量恒定。

7.3.2 水分大于50%试样的测定：

将试料（7.1）置于已在950℃烧至恒重的带盖坩埚（5.4）中，于干燥箱（5.3）中105℃烘1 h，取出，转置于400℃高温炉（5.2）中升温至950℃灼烧，并保持950℃灼烧1 h。取出，稍冷，置于干燥器中，冷却至室温，立即称灼烧后的氧化稀土与坩埚的总质量。重复950℃灼烧操作，直至坩埚连同烧成物质量恒定。

1. 试验数据处理

实物样品的灼减量以质量分数$ω$计，按公式（1）计算：

$ω=\frac{m\_{0}-(m\_{2}-m\_{1})}{m\_{0}}×100\%$………………………………………………………（1）

样品的干基灼减量质量分数按公式2计算：

$ω=\frac{m\_{0}-（m\_{2}-m\_{1})}{m\_{0}}×100\%-A\_{水分}$………………………………………………（2）

式中：$ω$—试样灼减量的质量分数，%；

 m0—试样的质量，单位为克（g）；

 m1—坩埚的质量，单位为克（g）；

 m2—坩埚及烧成物的质量，单位为克（g）；

 A水分—试样于105 ℃烘干的水分的质量分数，%。

两次平行测定结果的绝对差值不大于表1中相应重复性限时，取其平均值为测定结果，所得结果保留至小数点后两位，数值修约按GB/T 8170的规定执行。

1. 精密度

9.1 精密度原始数据及统计

精密度数据是在2024年，由11家实验室对草酸稀土灼减量的4个不同水平样品进行协同试验确定的。每个实验室对草酸稀土灼减量的每个水平在重复性条件下独立测定11次。试验数据按GB/T 6379.2进行统计分析。

9.2 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或外延法求得：

表1 重复性限

|  |  |
| --- | --- |
| 灼减量（质量分数）/% | 重复性限（*r*）/% |
| 38.08 | 0.16 |
| 48.88 | 0.21 |
| 56.06 | 0.28 |
| 68.80 | 0.29 |

9.3 再现性

在再现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，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*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或外延法求得：

表2 再现性限

|  |  |
| --- | --- |
| 灼减量（质量分数）/% | 再现性限（*R*）/% |
| 38.08 | 0.27 |
| 48.88 | 0.30 |
| 56.06 | 0.31 |
| 68.80 | 0.34 |