



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 11261—2006  
代替 GB/T 11261—1989

---

## 钢铁 氧含量的测定 脉冲加热情气熔融-红外线吸收法

Steel and Iron—Determination of oxygen content—  
The pulse heating inert gas fusion-infra-red absorption method

2006-03-02 发布

2006-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准此次修订对以下主要内容进行了修改：

- 修改了标准名称；
- 增加了“7 仪器的准备”；
- 增加了“10 试验报告”；
- 增加了附录 A；
- 原 1，修改本章名称及内容；
- 原 2，修改本章引用标准；
- 原 3，修改本章名称；
- 原 6，修改本章名称；
- 原 7 现为 8，修改本章内容。
- 原 8 现为 9，修改本章内容。

本标准代替 GB/T 11261—1989《高碳铬轴承钢化学分析方法 脉冲加热惰气熔融 红外线吸收法测定氧量》。

本标准的附录 A 是资料性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：宝钢集团上海五钢有限公司。

本标准参加起草单位：国家钢铁材料测试中心、武汉钢铁公司、宝钢集团上海钢铁研究所、宝钢集团上海一钢有限公司、山东省冶金科学研究院、上海材料研究所、抚顺特殊钢公司。

本标准主要起草人：王玉娟、崔秋红、樊勇飞、俞信霞。

本标准 1989 年首次发布。

# 钢铁 氧含量的测定

## 脉冲加热惰气熔融-红外线吸收法

### 1 范围

本标准规定了用脉冲加热惰气熔融-红外线吸收法测定钢铁中氧含量。

本方法适用于钢铁中质量分数 0.000 5%~0.020% 氧含量的测定。

### 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/T 6379(所有部分) 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)

### 3 原理

将预先制备好的试料,投入处在氩(或氦)气流的石墨坩锅中,用低压交流电直接加热至 2 300℃左右熔融,试料中的氧呈一氧化碳析出(或经加热 400℃的稀土氧化铜转化成二氧化碳),导入红外线检测器进行测定。

### 4 试剂和材料

- 4.1 氩(或氦)气,纯度为 99.99% 以上。
- 4.2 动力气:氮气、氩气或压缩空气,其杂质(油和水)小于 0.5%。
- 4.3 四氯化碳(或乙醚)。
- 4.4 丙酮。
- 4.5 稀土氧化铜。
- 4.6 真空油脂。
- 4.7 无水高氯酸镁。
- 4.8 碱性活性陶土。
- 4.9 玻璃棉。
- 4.10 氧有证标准物质。
- 4.11 石墨坩锅:采用高纯或光谱纯石墨加工而成,其形状与尺寸参见图 1。  
允许使用能使氧完全析出的其他形状和尺寸的坩锅,加热条件另选。

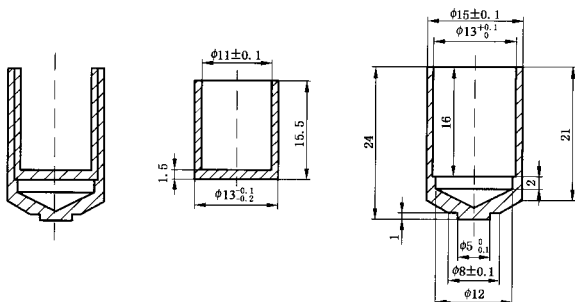


图 1

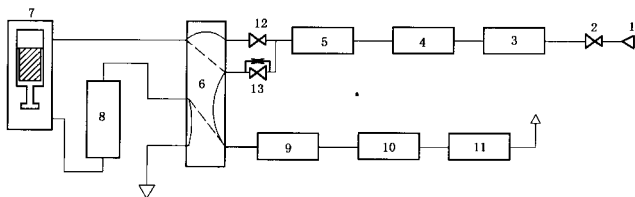
## 5 仪器与设备

### 5.1 仪器性能

脉冲加热红外线吸收仪(附电子交流稳压器)仪器应达到下述指标:

- 5.1.1 系统空白小于  $0.000\ 05\%$ 。
- 5.1.2 仪器本身显示灵敏度为  $0.000\ 01\%$ 。
- 5.1.3 精密密度为  $0.000\ 2\%$ 。
- 5.1.4 脉冲加热炉功率不小于  $6.6\ \text{kW}$ (炉温不低于  $2\ 500^{\circ}\text{C}$ )。

### 5.2 仪器示意图见图 2。



- 1——氩(或氦)气;
- 2——电磁阀;
- 3——脱气净化气;
- 4——碱石棉;
- 5——高氯酸镁;
- 6——转心阀;
- 7——脉冲加热炉;
- 8——玻璃棉;
- 9——稀土氧化铜;
- 10——流量控制器;
- 11—— $\text{CO}_2$ (或  $\text{CO}$ )红外检测器;
- 12——电磁阀;
- 13——稳压器。

图 2

## 6 取制样

6.1 试样应车制成  $\phi(4\sim 5)$  mm, 长度大于 30 mm 的圆棒, 表面粗糙度  $Ra$  3.2  $\mu\text{m}$  以上。碳化硅砂布和鹿皮在 800 r/min 左右的转速下依次进行抛光至  $Ra$  1.6  $\mu\text{m}$  以上, 抛光后用剪线钳剪去端部, 剪去所需长度, 在超声波清洗器中用四氯化碳(或乙醚)和丙酮(4.4)依次清洗 3 min~7 min, 用热风吹干后置入干燥器中备用。

6.2 操作中应避免试样氧化和沾污, 车制应在车速为 800 r/min 左右加冷却液下进行, 车刀和剪线钳应事先用四氯化碳(或乙醚)(4.3)擦洗。

6.3 经过洗涤底试样需用干净底镊子夹取, 不得用手触摸。

注: 测定高含量的氧量时, 也可用其他方法去除试样表面吸附的氧。

## 7 仪器的准备

7.1 分析前仪器应处于正常状态。

7.2 分析前用氧有证标准物质(4.10)进行检查, 所用实物标准的氧含量略大于被分析试样的含氧量, 三次校正值之间的极差值小于重复性数值, 否则应重新校正。

## 8 分析步骤

### 8.1 试料

称取约 0.5~1.0 g 试样, 精确至 1 mg。

### 8.2 空白试验

空白值的测定, 应将原储存的空白值置零, 然后按仪器规定程序和 8.3.2 规定的条件进行空白试验。测定氧含量  $\leq 0.003\%$  时, 空白值应小于 0.000 05%。

### 8.3 测定

8.3.1 将试料(8.1)装入加样器, 用专用铜刷清扫进样通道与脉冲炉膛, 在炉内装入石墨坩埚(4.11)。

8.3.2 按下述条件进行坩埚脱气和试样分析:

- a) 脱气的加热电流 1 100 A;
- b) 分析试样的电流(950 ~1 050) A;
- c) 分析试样的时间(20~30) s;
- d) 脱气的气流速度 1 000 mL/min 左右;
- e) 分析试样的气流速度 300 mL/min 左右。

## 9 精密度

本标准的精密度数据是在 2003 年由 9 个实验室对氧的 4 个水平进行共同试验所确定的。按照 GB/T 6379 的规定各实验室对氧的每个水平测定 3 次完成的。各实验室报出的原始数据(测定值)见附录 A(资料性附录)。原始数据按照 GB/T 6379 进行统计分析, 精密度结果见表 1。

表 1

氧含量(质量分数)/%	重复性限 $r$	再现性限 $R$
0.000 5~0.020	$\lg r = -1.734 5 + 0.762 9 \lg m$	$\lg R = -0.910 6 + 0.924 7 \lg m$

重复性限  $r$ 、再现性限  $R$  按以上表 1 给出的方程求得。

式中  $m$  是两个测定值的平均值, 单位为 % (质量分数)。

在重复性条件下, 获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限  $r$ , 大于重复性限  $r$  的情况以不超过 5% 为前提;

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  $R$ ,大于再现性限  $R$  的情况以不超过 5%为前提。

## 10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 识别样品、实验室和试验日期所需的全部资料;
- b) 使用的标准和方法;
- c) 试验结果及表示;
- d) 试验中观察到的异常现象;
- e) 任何本标准中未规定的操作,或任何可能影响结果的操作。

附录 A  
(资料性附录)

用脉冲加热惰气熔融-红外线吸收法测定钢铁中氧含量精密度试验原始数据

表 A.1

实验室	氧含量(质量分数)/%			
	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4
1	0.002 19	0.003 47	0.004 99	0.018 0
	0.002 24	0.003 53	0.005 14	0.018 1
	0.002 20	0.003 47	0.005 09	0.018 2
2	0.002 40	0.003 49	0.005 68	0.020 2
	0.002 41	0.003 52	0.005 73	0.020 4
	0.002 43	0.003 38	0.005 77	0.020 1
3	0.002 12	0.003 19	0.005 40	0.019 0
	0.002 06	0.003 44	0.005 41	0.018 3
	0.002 12	0.003 15	0.005 42	0.018 8
4	0.002 30	0.003 93	—	—
	0.002 25	0.003 81	—	—
	0.002 23	0.003 91	—	—
5	0.002 54	0.004 07	0.004 88	0.017 1
	0.002 48	0.003 95	0.004 92	0.016 6
	0.002 63	0.004 05	0.004 96	0.016 8
6	0.001 99	0.003 63	0.005 14	0.018 2
	0.002 17	0.003 76	0.005 27	0.018 3
	0.002 14	0.003 87	0.005 33	0.018 8
7	0.002 15	0.003 70	0.005 15	0.018 2
	0.002 20	0.003 68	0.005 19	0.018 2
	0.002 22	0.003 75	0.005 25	0.018 4
8	0.002 02	0.003 81	0.004 85	0.017 0
	0.002 04	0.003 62	0.005 25	0.017 3
	0.002 14	0.003 51	0.005 10	0.017 8
9	0.002 12	0.003 65	0.005 28	0.0168
	0.002 25	0.003 50	0.004 99	0.0172
	0.002 35	0.003 38	0.005 10	0.0178