

中华人民共和国工业和信息化部 发布

202×-××-××实施

202×-××-××发布

钕铁硼合金化学分析方法

第8部分：氢量的测定

惰性气体熔融-热导法或红外吸收法

Chemical analysis methods for neodymium iron boron alloy—

Part 8: Determination of hydrogen content—

Thermal conductivity/infra-red absorption method after fusion under inert gas

（预审稿）

中华人民共和国行业标准

ICS 77.120.99

H14

**XB/T 617.8—20XX**

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020 给出的规则起草。

XB/T 617《钕铁硼合金化学分析方法》共分8个部分：

——第1部分：稀土总量的测定 草酸盐重量法；

——第2部分：十五个稀土元素量的测定；

——第3部分：硼、铝、铜、钴、镁、硅、钙、钒、铬、锰、镍、锌和镓量的测定 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：锆、铌、钼、钨和钛量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第6部分：碳量的测定 高频-红外吸收法；

——第7部分：氧、氮量的测定 脉冲-红外吸收法和脉冲-热导法；

——第8部分：氢量的测定 惰性气体熔融-热导法或红外吸收法。

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。

本文件为XB/T 617的第8部分。

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：包头稀土研究院…………

本文件起草人：

本文件为首次发布。

 钕铁硼合金化学分析方法

第8部分：氢量的测定

惰性气体熔融-热导或红外法

1 范围

本文件规定了钕铁硼合金中氢量的测定方法。

本文件适用于钕铁硼合金中氢量的测定。测定范围：0.0005%-0.20%

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为本文件必不可少的条款。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文件，然而，鼓励根据本文件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。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

3 方法原理

试料置于经脱气的石墨坩埚中，在惰性气氛下加热熔融。试料中氢以分子的形式释放并进入载气流中，经色谱柱与其他气体分离后，在热导池中检测；或氢分子随载气流通过热的氧化铜后转化为水，在特定的红外池中检测。根据热导率或红外吸收光谱强度信号变化，计算出氢含量。

4 试剂和材料

* 1. 高纯载气：纯度为99.99%以上，可以为氩气或氮气，根据仪器制造商推荐而定。
	2. 动力气：氮气、氩气或压缩空气，油和水含量小于0.5%；禁用可燃气体。
	3. 无水高氯酸镁，颗粒试剂。
	4. Schutze试剂或线状氧化铜：热导法用Schutze试剂，红外法用线状氧化铜。
	5. 石墨坩埚：一次性使用，由高纯石墨制成。
	6. 镍囊：由高纯镍制成。

4.7 氢标准物质/标准样品。

5 仪器

惰性气体熔融-热导或红外检测氢分析仪，包括脉冲石墨电极炉、分析气流杂质去除系统、辅助净化系统以及热导池或红外池氢测量系统。

6 试样

6.1试样为钕铁硼烧结磁体、真空速凝薄带铸片或氢碎粉，可以为块状、片状、粒状或粉末状。

6.2 大块试样机械破碎为10mm小块后用长臂钳剪切为4mm以下小块，铸片用镊子掰成4mm以下小片，加工、处理试样时，确保试样清洁，防止污染。

6.3试样置于镍囊中称重，应尽快分析，计算时需扣除镍囊的空白。

7 分析步骤

7.1试料

称取试样0.10-0.20g，精确至0.0001g。

7.2测定次数

称取两份试料（7.1）进行平行测定，取其平均值。

7.3空白校正

按照仪器说明书开启循环水冷机、打开载气、动力气气阀，调节分压阀压力，开机充分预热仪器。

设置方法参数，输入样重0.15g，打开脉冲炉，将石墨坩埚（4.5）置于下电极，将镍囊（4.6 ）置于装样器内。下电极上升，石墨坩埚（4.5）脱气，镍囊落下，加热熔融，仪器显示空白值，重复测定3次，取平均值。

7.4 标样校正

7.4.1 选取氢标准样品（4.7），其氢含量近于待测试验的氢含量，且不超过本方法的检测范围。

7.4.2 按照仪器说明书称取标准样品（4.7）于镍囊（4.6）内，读取样重并封口，打开脉冲炉，将石墨坩埚（4.5）置于下电极，将镍囊（4.6）置于装样器内。下电极上升，石墨坩埚（4.5）脱气，镍囊落下，加热熔融，仪器显示标样氢值，重复测定3次，结果不超出标样不确定度范围则取中值进行系统校正。

7.4.3 如果分析结果超出该标准样品标准值不确定度范围，找出原因并改正，重复7.4.1-7.4.2的操作过程。

7.5试样分析

7.5.1按照仪器说明书称取试料（7.1）于镍囊（4.6）内，读取样重并封口，打开脉冲炉，将石墨坩埚（4.5）置于下电极，将镍囊（4.6）置于装样器内。下电极上升，石墨坩埚（4.5）脱气，镍囊落下，加热熔融，仪器显示试料氢值，重复测定2次，结果不超出方法允许差，即结果平行，则取两次结果的平均值。

7.5.2 如果分析结果超出方法允许差，则进行第三次测定，结果与第一次（或第二次）测量结果平行，则与第一次（或第二次）测量结取平均值。

7.5.3如果与第一次（或第二次）测量结果都不平行，则进行第四次测定，结果与第一次（或第二次、第三次）测量结果平行，则与第一次（或第二次、第三次）测量结果取平均值。

7.5.4如果四次测量结果都不平行，则取中间两个测量结果平均值。

8 分析结果与计算

试料中氢含量ω(H)（单位 %）：



式中： ω1—空白试验氢含量，单位为 %；

ω2—镍囊和试料中氢含量，单位为 %；

—镍囊与试料的质量比。

9 精密度

9.1精密度原始数据及统计分析

精密度数据是在2022年由8家实验室对7个钕铁硼合金样品进行协同试验确定的。每个实验室对每个水平样品的在重复性条件下独立测定6次。协同试验数据按照GB/T 6379.2进行统计。

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求得；超过表1含量的测定值，其重复性限（*r*）用外推法计算求得。

表1 重复性限

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数% | 重复性限（*r*） |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
| 注：重复性限（r）为2.8×Sr，Sr为重复性标准差。 |

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，这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求得；超过表2含量的测定值，其再现性限（*R*）用外推法计算求得。

表2 再现性限

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数% | 再现性限（*R*） |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
| 注：再现性限（R）为2.8×SR，SR为再现性标准差。 |