

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

（送审稿）

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《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XB/T 617《钕铁硼合金化学分析方法》 的第8部分，XB/T 617已经发布了以下部分：

——第1部分：稀土总量的测定 草酸盐重量法；

——第2部分：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、宁波韵升股份有限公司、包头天和磁材科技股份有限公司、天津包钢稀土研究院有限责任公司、虔东稀土集团股份有限公司赣州艾科锐检测技术有限公司、四川江铜稀土有限责任公司、福建省长汀金龙稀土有限公司、内蒙古包钢稀土磁性材料有限责任公司、钢研纳克检测技术有限公司。

本文件起草人：吴文琪、王素梅、常诚、李玲玲、徐莉莉、李海霞、李贝、王安丽、温斌、何骏元、王金凤、张久磊、库劲峰、贾玉君、马慧泽、王学华。

本文件为首次发布。

引 言

钕铁硼合金主要成分为铁、硼、钕、镨等元素，可以在一定的空间内产生恒定磁场，由于其超高的矫顽力和磁能积，使得钕铁硼永磁材料在多种领域，特别是现代高科技领域，如信息技术、汽车、核磁共振、风力发电和电极等方面获得了广泛应用。《钕铁硼合金化学分析方法》（XB/T 617-2014）是专门针对钕铁硼合金产品制定的行业标准，该系列分析标准达到了国际先进水平，是保障钕铁硼产品生产、研究和国际贸易的重要检测依据。《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》的制定是《钕铁硼合金化学分析方法》的重要补充和完善，增强了不同试验室间数据的一致性和可比性，为钕铁硼生产过程控制及钕铁硼产品贸易提供了规范的检验依据。

本系列标准（XB/T 617）《钕铁硼合金化学分析方法》重点针对钕铁硼合金中稀土总量、稀土元素、非稀土元素的检测，共分为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。

本系列标准根据最新的标准化文件的结构和起草规则编写，所有标准方法均通过多家实验室试验、验证，修改“允许差”条款为“再现性”条款，在标准中给出了至少覆盖高、中、低的重复性、再现性限值，使方法的精密度要求更趋于完善。

本系列标准第8部分的制定，增加了钕铁硼合金中氢元素量的测定方法，为钕铁硼合金化学成分的测定提供了快捷、准确的方法规范，具有良好的操作性。

本文件采用惰性气体熔融-热导法或红外法测定钕铁硼合金中氢的含量，该方法具有测量范围宽、分析结果准确可靠、操作简便等特点。本文件中精密度数据是在2021年至2022年由9家实验室对钕铁硼烧结磁体、真空速凝薄带铸片和氢碎粉及其混合样等9个不同氢含量水平样品进行协同试验确定的。每个实验室对每个水平样品的氢含量在重复性条件下独立测定6次。协同试验数据按照GB/T6379.2进行统计。共同试验结果表明氢回收率为88%-112%，除含量接近下限的样品外RSD为0.78%-5.90%。

 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

GB/T 14265 金属材料中氢、氧、氮、碳和硫分析方法通则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 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蒸气，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。

5试剂和材料

5.1高纯载气：纯度为99.99%以上，可以为氩气、氮气或氦气，根据仪器制造商推荐而定。

5.2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。

5.3石墨坩埚：由高纯石墨制成。

5.4镍囊：*wH* ≤ 0.01μg/g。

5.5氢标准样品：在含氢量（质量分数）0.0005%～0.20%范围内选择合适的有证标准样品。

6 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氢气测量系统或红外池水蒸气测量系统。

7 试样

7.1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。

7.2 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。

8 分析步骤

8.1试料

称取试样0.10-0.20g，精确至0.0001g。

8.2平行试验

称取两份试料（7.1）进行平行测定。

8.3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（5.3）置于下电极，将镍囊（5.4 ）置于加样器内。按运行按钮，下电极上升，石墨坩埚（5.3）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。

8.4 标样校正

8.4.1 选取氢标准样品（4.7），其氢含量接近待测试料的氢含量，且不超过本方法的检测范围。

8.4.2 称取标准样品（5.5）于镍囊（5.4）内，读取样重并封口，打开脉冲炉，将石墨坩埚（5.3）置于下电极，将镍囊（5.4）置于加样器内。按运行按钮，下电极上升，石墨坩埚（5.3）脱气，镍囊落下，加热熔融，仪器显示标样氢值。重复测定3次，结果应不超出标样不确定度范围，否则应找出原因并重新校正。

8.5试样分析

称取试料（8.1）于镍囊（5.4）内，读取样重并封口，打开脉冲炉，将石墨坩埚（5.3）置于下电极，将镍囊（5.4）置于加样器内。按运行按钮，下电极上升，石墨坩埚（5.3）脱气，镍囊落下，加热熔融，仪器显示试料氢值。

9 分析结果与计算

钕铁硼合金中氢量以氢的质量分数ω(H) ，（%）计，按公式（1）计算：

¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨（1）

式中： ω1—空白试验氢含量， %；

ω2—镍囊和试料中氢含量， %；

—镍囊与试料的质量比。

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。当结果＜0.010时，保留至小数点后四位；当结果≥0.010时，保留两位有效数字，数值修约按照GB/T8170的规定执行。

10 精密度

10.1精密度原始数据及统计分析

精密度数据是在2022年由9家实验室对9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。

10.2 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*）% |
| 0.0007 | 0.0002 |
| 0.0026 | 0.0004 |
| 0.011 | 0.001 |
| 0.042 | 0.004 |
| 0.072 | 0.006  |
| 0.16 | 0.01 |
| 注：重复性限（r）为2.8×Sr，Sr为重复性标准差。 |

10.3 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*） |
| 0.0007 | 0.0003 |
| 0.0026 | 0.0006 |
| 0.011 | 0.002 |
| 0.042 | 0.009 |
| 0.072 | 0.011 |
| 0.16 | 0.02 |
| 注：再现性限（R）为2.8×SR，SR为再现性标准差。 |