



中华人民共和国稀土行业标准

XB/T 617.7—2014

钕铁硼合金化学分析方法 第7部分：氧、氮量的测定 脉冲-红外吸收法和脉冲-热导法

Chemical analysis methods for neodymium iron boron alloy—
Part 7: Determination of oxygen and nitrogen contents—
Impulse-infrared and impulse-thermal conductance absorption method

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

XB/T 617《钕铁硼合金化学分析方法》共分为 7 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、钕、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：铅、铈、钨和钽量的测定 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。

本部分为 XB/T 617 的第 7 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分负责起草单位：北京有色金属研究总院、赣州虔东稀土集团股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分起草单位：北京有色金属研究总院。

本部分参加起草单位：包头稀土研究院、赣州虔东稀土集团股份有限公司、甘肃稀土新材料股份有限公司、北京中科三环高技术股份有限公司。

本部分主要起草人：曹振华、陈然、周海收、宋晓力。

本部分参加起草人：张术杰、吴文琪、高励珍、温斌、姚南红、张龙菁、张海燕、俞建苑。

钎铁硼合金化学分析方法

第7部分:氧、氮量的测定

脉冲-红外吸收法和脉冲-热导法

1 范围

XB/T 617 的本部分规定了钎铁硼合金中氧、氮含量的测定方法。

本部分适用于钎铁硼合金中氧、氮含量的测定,氧的测定范围为 0.002 0%~0.60%,氮的测定范围为 0.002 0%~0.10%。

2 方法原理

在惰性气氛下,加热熔融石墨坩埚中的试样,试样中的氧以一氧化碳和少量二氧化碳的形式析出,经过热氧化铜将生成的一氧化碳全部氧化成二氧化碳,进入红外检测器中进行测定;氮以氮气形式析出,进入热导检测器中进行测定。

3 试剂和材料

3.1 四氯化碳。

3.2 镍篮或镍箔 [$w(\text{Ni}) \geq 99\%$, $w(\text{O}) \leq 0.002 0\%$, $w(\text{N}) \leq 0.000 5\%$], 并预先经过混合酸($\text{HNO}_3 + \text{HPO}_4 + \text{HAc}$)腐蚀处理。

3.3 石墨坩埚。

3.4 标准样品:选择与试样的主成分及氧、氮含量相近的标准物质或其他适用标准物质。

3.5 氦气 [$\varphi(\text{He}) \geq 99.99\%$]。

4 仪器设备

氧氮测定仪:检测器灵敏度不低于 $0.1 \mu\text{g/g}$ 。

5 试样

块状样品取芯,用四氯化碳(3.1)清洗,风干,装入镍篮(3.2)中待测;粉状或碎屑状样品需用镍箔(3.2)包裹,镍箔使用前要用四氯化碳(3.1)清洗、风干。

6 分析步骤

6.1 试料

称取试样 $0.05 \text{ g} \sim 0.10 \text{ g}$,精确至 0.001 g 。