

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1075.11—20XX

钒铝、钼铝中间合金化学分析方法
第11部分：氮含量的测定
惰性气体熔融热导法

Methods for chemical analysis of vanadium-aluminium and
molybdenum-aluminium master alloys—
Part 11: Determination of nitrogen content —
Inert gas fusion thermal conductivity

(报批稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

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YS/T 1075《钒铝、钼铝中间合金化学分析方法》的第11部分。YS/T 1075已经发布了以下部分：

- 第1部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第2部分：钼量的测定 钼酸铅重量法；
- 第3部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第4部分：钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和硫酸亚铁铵滴定法；
- 第5部分：铝量的测定 EDTA 滴定法；
- 第6部分：碳量的测定 高频燃烧-红外吸收法；
- 第7部分：氧量的测定 惰性气体熔融-红外法；
- 第8部分：钼、铝量的测定 X-荧光光谱法；
- 第9部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法；
- 第10部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第11部分：氮含量的测定 惰性气体熔融热导法；
- 第12部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第13部分：铁、硅、钼、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：西安汉唐分析检测有限公司、承德天大钒业有限责任公司、商洛天野新材料有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、宝钛集团有限公司、忠世高新材料股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、湖南火神仪器有限公司、内蒙古德晟金属制品有限公司、大连融德特种材料有限公司。

本文件主要起草人：王宽、石新层、关淑平、周恺、兰晶晶、王英、郭飞、庄艾春、康燕、刘颖、王长华、颀维平、荣金相、李佩林、曾繁武。

引言

钒铝、钼铝中间合金是生产高性能钛合金的重要中间合金，其作用包括改善合金化条件、提高合金成分均匀度、克服偏析和不熔（难熔）金属夹杂以及减少金属烧损率。随着航空航天用等高端钛合金的发展，对钒铝、钼铝中间合金的主元素波动范围和杂质元素上限含量都提出了更为严苛的要求。YS/T 1075 旨在通过实验研究建立一套完整且切实可行的钒铝、钼铝中间合金化学分析方法标准，拟由十三部分组成：

- 第 1 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 2 部分：钼量的测定 钼酸铅重量法；
- 第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 5 部分：铝量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 6 部分：碳量的测定 高频燃烧-红外吸收法；
- 第 7 部分：氧量的测定 惰性气体熔融-红外法；
- 第 8 部分：钼、铝量的测定 X-荧光光谱法；
- 第 9 部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法；
- 第 10 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：氮含量的测定 惰性气体熔融热导法；
- 第 12 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 13 部分：铁、硅、钼、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件完善了钒铝、钼铝中间合金的生产产业链，对提升钒铝、钼铝中间合金在钛合金生产过程中的应用水平提供了有力支撑。

钒铝、钼铝中间合金化学分析方法

第11部分：氮含量的测定

惰性气体熔融热导法

1 范围

本文件规定了钒铝、钼铝中间合金中氮含量的测定方法。

本文件适用于钒铝、钼铝中间合金中氮含量的测定。测定范围：0.002%~0.100%。

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 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。

4 原理

在惰性气氛中，试料在石墨坩埚中被脉冲炉加热熔融。试料中的氮被还原为氮气，与其他气体提取物分离后，随载气（氦气）进入热导池检测器中进行检测。

5 试剂或材料

5.1 助熔剂：镍或其他适用助熔剂（ $w_N \leq 0.0005\%$ ）。

5.2 石墨坩埚。

5.3 标准物质/标准样品。

5.4 载气：氦气（ $\varphi_{He} \geq 99.99\%$ ）。

5.5 动力气：无油压缩空气或氮气等。

6 仪器设备

惰性气体熔融热导检测系统应包括电极炉、吸尘装置、载气净化及分析气体转化系统、氮热导检测器、电脑及软件控制系统。

7 样品

样品表面应保持洁净，粒度应小于 500 μm 。

8 试验步骤

8.1 仪器准备

按仪器制造商的要求装配好所有部件，连接电源、载气（5.4）、动力气（5.5）。按要求开启水、电、气等外围辅助设施，仪器预热至各项参数达到设备厂商要求。

8.2 空白试验

空白值包括助熔剂（5.1）和石墨坩埚（5.2）的空白。至少应进行 3 次空白值测定，仪器显示的连续三次空白值的极差不应超过 0.0005%。取空白的平均值，按空白补偿程序进行空白扣除。

8.3 仪器校准

平行测定标准物质/标准样品（5.3）3 次~5 次，计算结果的平均值，进行仪器校准。平均值应与标准值相符，单个测定值不应超出标准物质/标准样品（5.3）证书给定的不确定度范围。

8.4 试料

称取 0.04 g~0.07 g 样品（7），精确至 0.0001 g。

8.5 测定

将试料（8.4）和助熔剂（5.1）置于进样器中，并将石墨坩埚（5.2）放置在下电极上，进行样品分析，仪器根据所输入的称样量自动计算，直接显示样品中的氮的质量分数。结果保留至小数点后第三位，按 GB/T 8170 的规定修约。

9 精密度

9.1 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，在表 1 给出的平均值范围内，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 ）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。精密度试验原始数据见附录 A。

表 1 重复性限

$w_N/\%$	0.002	0.010	0.031	0.064
$r/\%$	0.001	0.002	0.006	0.008

9.2 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，在表 2 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 ）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。精密度试验原始数据见附录 A。

表 2 再现性限

$w_N/\%$	0.002	0.010	0.031	0.064
$R/\%$	0.001	0.004	0.008	0.011

10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 结果；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度数据由 10 家实验室对氮含量的 4 个不同水平样品进行共同试验确定。每个实验室对每个水平的氮含量在重复性条件下独立测定 11 次。测定的原始数据见表 A.1。

表 A.1 精密度试验原始数据

实验室	水平数	n										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002
	2	0.011	0.010	0.010	0.010	0.009	0.009	0.009	0.011	0.009	0.009	0.008
	3	0.028	0.033	0.032	0.028	0.030	0.035	0.030	0.028	0.032	0.033	0.029
	4	0.060	0.066	0.065	0.063	0.065	0.064	0.058	0.068	0.063	0.058	0.060
2	1	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002
	2	0.010	0.009	0.011	0.011	0.012	0.009	0.011	0.011	0.009	0.011	0.011
	3	0.033	0.036	0.032	0.032	0.038	0.033	0.032	0.034	0.032	0.039	0.033
	4	0.066	0.066	0.075	0.074	0.069	0.065	0.068	0.070	0.072	0.071	0.070
3	1	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001
	2	0.011	0.009	0.008	0.010	0.011	0.008	0.009	0.009	0.011	0.011	0.010
	3	0.028	0.033	0.033	0.028	0.031	0.031	0.030	0.029	0.032	0.033	0.032
	4	0.060	0.061	0.058	0.060	0.065	0.064	0.062	0.063	0.063	0.065	0.064
4	1	0.002	0.003	0.003	0.002	0.003	0.003	0.002	0.002	0.003	0.003	0.002
	2	0.011	0.012	0.011	0.012	0.011	0.012	0.012	0.011	0.011	0.011	0.012
	3	0.034	0.030	0.034	0.032	0.036	0.031	0.033	0.036	0.032	0.033	0.034
5	1	0.002	0.001	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002
	2	0.009	0.010	0.009	0.011	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009	0.011	0.010
	3	0.025	0.027	0.029	0.029	0.033	0.026	0.030	0.032	0.032	0.028	0.030
	4	0.063	0.057	0.061	0.053	0.059	0.058	0.061	0.057	0.059	0.062	0.059
6	1	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002
	2	0.010	0.008	0.009	0.009	0.009	0.011	0.009	0.009	0.009	0.009	0.009
	3	0.029	0.031	0.032	0.030	0.034	0.033	0.029	0.030	0.033	0.028	0.030
	4	0.060	0.061	0.058	0.063	0.066	0.060	0.061	0.061	0.060	0.058	0.064

表 A.1 精密度试验原始数据(续)

实验室	水平数	n										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
7	1	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.003	0.002
	2	0.014	0.015	0.012	0.014	0.012	0.014	0.013	0.012	0.014	0.013	0.014
	3	0.033	0.034	0.032	0.033	0.032	0.035	0.036	0.036	0.037	0.037	0.035
8	1	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002
	2	0.010	0.011	0.011	0.010	0.009	0.010	0.010	0.010	0.011	0.011	0.010
	3	0.032	0.029	0.027	0.031	0.028	0.029	0.031	0.027	0.028	0.030	0.029
	4	0.065	0.068	0.058	0.069	0.061	0.062	0.063	0.060	0.062	0.064	0.066
9	1	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002
	2	0.010	0.011	0.009	0.009	0.011	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	0.009
	3	0.032	0.029	0.028	0.031	0.030	0.031	0.030	0.031	0.030	0.032	0.032
	4	0.061	0.063	0.059	0.062	0.064	0.063	0.063	0.059	0.064	0.060	0.064
10	1	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002
	2	0.010	0.011	0.009	0.011	0.010	0.009	0.010	0.011	0.010	0.009	0.009
	3	0.029	0.030	0.031	0.029	0.029	0.034	0.030	0.029	0.032	0.029	0.033
	4	0.062	0.066	0.065	0.063	0.065	0.062	0.060	0.067	0.065	0.059	0.061

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示