

ICS 77.120.99

CCS H15

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T ××××—202×

镍铂合金化学分析方法
氧和氮含量测定
脉冲-红外吸收法和热导检测法

Methods for chemical analysis of NiPt alloys

Determination of oxygen and nitrogen contents

Pulse-infrared absorption and thermal conductivity detection

(报批稿)

202×-××-×× 发布

202×-××-×× 实施

中华人民共和国工业和信息化部

发布

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。

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：贵研铂业股份有限公司、贵研检测科技（云南）有限公司、有研亿金新材料有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、北京有色金属与稀土应用研究所、西安汉唐分析检测有限公司。

本文件主要起草人：杨晓滔、李玉萍、杨梅英、鲁瑞智、刘朝方、庄艾春、王长华、徐钊、王宽、曾荷峰、马媛、方卫、王应进、孙祺、甘建壮、白宇、杨永刚、张胜、陈颖欣、张博、李娜、马天峻、柴琴琴。

镍铂合金化学分析方法

氧和氮含量测定

脉冲-红外吸收法和热导检测法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了镍铂合金中氧含量和氮含量的测定方法。

本文件适用于镍铂合金中氧含量和氮含量的测定。测定范围：0.0010%~0.020%。

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 6379.2 测量方法与结果的准确度

GB/T 17684-2008 贵金属及其合金术语

YS/T 371 贵金属合金化学分析方法总则及一般规定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

预先制好的试料直接在加热的石墨坩埚中熔融，氧与碳反应生成 CO_2 ，进入红外检测池测定 CO_2 吸收峰，换算出氧的质量分数。氮形成 N_2 由氦气载入热导池，测定热导率，换算出氮的质量分数。

5 试剂或材料

5.1 高纯氦气（ $\omega_{\text{He}} \geq 99.995\%$ ）。

5.2 动力气：工业氮气或压缩空气。

5.3 丙酮（分析纯）。

5.4 石墨坩埚。

5.5 标准样品：选用不少于2个氧氮含量在0.001%~0.02%范围内的氧氮分析国家钢标准样

品。

6 仪器设备

6.1 氧氮测定仪。氧、氮检出限为 0.1 μg/g, 仪器 1 h 内稳定性 (RSD) 小于 2.0 %。

6.2 电子天平: 感量 0.1 mg。

7 样品

样品用丙酮浸泡 5 min, 自然风干, 混匀, 待测。

8 试验步骤

8.1 试料

称取约 0.1g 样品, 精确至 0.0001 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验, 取其平均值。

8.3 空白试验

仪器预热 30 min, 参考附录 A 进行条件优化后设定参数。

进行不少于 3 次空白分析, 至仪器的氧、氮空白值 < 0.00005 %。

8.4 仪器的校准

用标准样品 (5.5) 进行仪器校准, 确定校正系数, 所用氧氮标准样品 (5.5) 应与被测试样氧氮含量相近, 也可以控制试料的质量, 使被测试料中氧氮质量绝对值与标准样品中氧氮质量绝对值相近。

8.5 测定

按照仪器操作规程, 用氧氮测定仪按编好的程序测定试料 (8.1), 计算机给出试料中氧、氮的质量分数。

9 试验数据处理

按公式(1)计算氧或氮的质量分数 $w(x)$, 数值用 % 表示:

$$w(x) = C_2 - C_1 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——待测元素氧或氮;

C_1 ——空白试料中氧或氮的质量分数, 单位为百分数 (%);

C_2 ——试料中总的氧或氮质量分数, 单位为百分数 (%).

计算结果保留两位有效数字。

10 精密度

10.1 重复性

精密度数据是 2020 年由 6 家实验室对 3 个氧含量和氮含量不同的水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的氧含量和氮含量在重复条件下独立测定 7 次~15 次。测量

的原始数据见附录B。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，按GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确性（正确度与精密度）中的方法计算重复性限。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 ）按以下表1数据采用线性内插法或外延法求得：

表1 重复性限

| | | | |
|----------|--------|--------|-------|
| 氧的质量分数/% | 0.0042 | 0.0059 | 0.021 |
| r /% | 0.0024 | 0.0024 | 0.009 |
| 氮的质量分数/% | 0.0050 | 0.010 | 0.020 |
| r /% | 0.0010 | 0.002 | 0.004 |

10.2 再现性

精密度数据是2020年由4家实验室对3个氧含量和氮含量不同的水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的氧含量和氮含量在重复条件下独立测定7次~15次。测量的原始数据见附录B。在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，按GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确性（正确度与精密度）中的方法计算再现性限。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 ）按以下表2数据采用线性内插法或外延法求得：

表2 再现性限

| | | | |
|----------|--------|--------|-------|
| 氧的质量分数/% | 0.0042 | 0.0059 | 0.021 |
| R /% | 0.0025 | 0.0031 | 0.015 |
| 氮的质量分数/% | 0.0050 | 0.010 | 0.020 |
| R /% | 0.0011 | 0.002 | 0.005 |

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试样；
- 本文件编号；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录A
(资料性)
仪器测定条件

A.1 使用TC-400氧氮仪测定NiPt合金中的氧和氮含量，推荐参照表A.1的工作条件。

A.1 推荐的仪器测定条件

| | 脱气功率 (kW) | 分析功率 (kW) | 分析时间 | | | | 分析器比较水平 (%) |
|---|--------------|--------------|-----------|-----------|-------------|---------------|----------------|
| | | | 冲洗 (s) | 脱气 (s) | 积分延迟 (s) | 最小积分时间 (s) | |
| 氧 | 6 | 5 | 30 | 15 | 10 | 35 | 20 |
| 氮 | 6 | 5 | 30 | 15 | 15 | 45 | 5 |

附录 B

(资料性)

精密度试验原始数据

B.1 精密度数据是由 6 家实验室对 3 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个氧含量在重复性条件下独立测定 7~15 次。测量的原始数据见表 B.1。

表 B.1 氧精密度试验原始数据

| 水平一 | | | | | | | | | | | | | | |
|---------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|-------|
| 实验 室 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 均值 | SD | RSD |
| 1 | 0.0045 | 0.005 | 0.0035 | 0.0038 | 0.0038 | 0.0034 | 0.0060 | 0.0036 | 0.0059 | 0.0058 | 0.0046 | 0.0045 | 0.0010 | 22.20 |
| 2 | 0.0036 | 0.0034 | 0.0042 | 0.0033 | 0.0035 | 0.0028 | 0.0042 | 0.0041 | 0.0039 | 0.0029 | 0.0033 | 0.0036 | 0.00048 | 13.57 |
| 3 | 0.0038 | 0.0036 | 0.0037 | 0.0037 | 0.0037 | 0.0034 | 0.0050 | 0.0041 | 0.0044 | 0.0047 | 0.0041 | 0.0040 | 0.00049 | 12.31 |
| 4 | 0.0044 | 0.0042 | 0.0032 | 0.0030 | 0.0046 | 0.0030 | 0.0059 | - | - | - | - | 0.0041 | 0.0011 | 26.10 |
| 5 | 0.0049 | 0.0032 | 0.0057 | 0.0044 | 0.0041 | 0.0023 | 0.0057 | 0.0047 | 0.0032 | 0.0047 | 0.0031 | 0.0042 | 0.0011 | 26.74 |
| 6 | 0.0051 | 0.0052 | 0.0047 | 0.0042 | 0.0046 | 0.0035 | 0.0061 | 0.0039 | 0.0046 | - | - | 0.0047 | 0.00077 | 16.47 |
| 水平二 | | | | | | | | | | | | | | |
| 实验 室 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 均值 | SD | RSD |
| 1 | 0.0057 | 0.0058 | 0.0048 | 0.005 | 0.0054 | 0.0043 | 0.0060 | 0.0044 | 0.0055 | 0.0057 | 0.0056 | 0.0053 | 0.00058 | 10.94 |
| 2 | 0.0050 | 0.0048 | 0.0056 | 0.0055 | 0.0065 | 0.0048 | 0.0073 | 0.0060 | 0.0051 | 0.0051 | 0.0055 | 0.0056 | 0.00076 | 13.68 |
| 3 | 0.0061 | 0.0063 | 0.0062 | 0.0064 | 0.0060 | 0.0053 | 0.0072 | 0.0061 | 0.0058 | 0.0059 | 0.0057 | 0.0061 | 0.00047 | 7.79 |
| 4 | 0.0061 | 0.0067 | 0.0070 | 0.0054 | 0.0068 | 0.0045 | 0.0075 | - | - | - | - | 0.0063 | 0.0010 | 16.43 |
| 5 | 0.0059 | 0.0072 | 0.0064 | 0.0073 | 0.0060 | 0.0038 | 0.0074 | 0.0046 | 0.0068 | 0.0055 | 0.0070 | 0.0062 | 0.0012 | 18.95 |
| 6 | 0.0073 | 0.0051 | 0.0067 | 0.0059 | 0.0068 | 0.0046 | 0.0076 | 0.0071 | 0.0049 | - | - | 0.0062 | 0.0011 | 18.09 |
| 水平三 | | | | | | | | | | | | | | |
| 实验 室 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 均值 | SD | RSD |
| 1 | 0.015 | 0.014 | 0.014 | 0.015 | 0.016 | 0.016 | 0.014 | 0.017 | 0.017 | 0.016 | 0.014 | 0.015 | 0.0013 | 8.26 |
| 2 | 0.019 | 0.016 | 0.020 | 0.021 | 0.022 | 0.019 | 0.025 | 0.026 | 0.021 | 0.027 | 0.019 | 0.022 | 0.0037 | 11.51 |
| | 0.028 | 0.022 | 0.021 | 0.027 | - | - | - | - | - | - | - | | | |
| 3 | 0.019 | 0.0261 | 0.020 | 0.026 | 0.020 | 0.018 | 0.028 | - | - | - | - | 0.023 | 0.0039 | 17.10 |
| 4 | 0.027 | 0.0235 | 0.020 | 0.024 | 0.023 | 0.022 | 0.024 | 0.023 | 0.027 | - | - | 0.024 | 0.0022 | 9.22 |
| 5 | 0.018 | 0.0232 | 0.019 | 0.020 | 0.019 | 0.021 | 0.019 | 0.026 | 0.020 | - | - | 0.020 | 0.0027 | 12.93 |
| 6 | 0.017 | 0.018 | 0.017 | 0.018 | 0.021 | 0.029 | 0.023 | 0.015 | 0.024 | 0.021 | 0.022 | 0.021 | 0.0039 | 18.40 |
| | 0.023 | 0.023 | 0.027 | 0.020 | - | - | - | - | - | - | - | | | |

B.2 精密度数据是由 4 家实验室对 3 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个氮含量在重复性条件下独立测定 7~11 次。测量的原始数据见表 B.2。

表 B.2 氮精密度试验原始数据

%

| 水平一 | | | | | | | | | | | | | | |
|-----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|------|
| 实验室 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 均值 | SD | RSD |
| 1 | 0.0047 | 0.0051 | 0.0048 | 0.0050 | 0.0050 | 0.0048 | 0.0047 | 0.0051 | 0.0050 | - | - | 0.0049 | 0.00018 | 3.56 |
| 2 | 0.0051 | 0.0045 | 0.0051 | 0.0046 | 0.0049 | 0.0047 | 0.0057 | 0.0047 | 0.0053 | - | - | 0.0050 | 0.00038 | 7.68 |
| 3 | 0.0053 | 0.0046 | 0.0046 | 0.0057 | 0.0056 | 0.0054 | 0.0054 | - | - | - | - | 0.0052 | 0.00045 | 8.60 |
| 4 | 0.0051 | 0.0052 | 0.0053 | 0.0046 | 0.0046 | 0.0041 | 0.0042 | 0.0047 | 0.0050 | 0.0049 | 0.0050 | 0.0048 | 0.00037 | 7.84 |
| 水平二 | | | | | | | | | | | | | | |
| 实验室 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 均值 | SD | RSD |
| 1 | 0.010 | 0.0096 | 0.0099 | 0.010 | 0.0096 | 0.0098 | 0.0097 | 0.0095 | 0.010 | - | - | 0.0098 | 0.00025 | 2.50 |
| 2 | 0.0093 | 0.0096 | 0.0093 | 0.0090 | 0.0098 | 0.0092 | 0.0095 | 0.0095 | 0.0098 | - | - | 0.0094 | 0.00025 | 2.70 |
| 3 | 0.0097 | 0.010 | 0.011 | 0.012 | 0.011 | 0.011 | 0.011 | 0.0093 | 0.0092 | - | - | 0.010 | 0.00084 | 8.08 |
| 4 | 0.010 | 0.010 | 0.010 | 0.0092 | 0.0091 | 0.0082 | 0.0084 | 0.0095 | 0.0099 | 0.0099 | 0.0099 | 0.0096 | 0.00074 | 7.78 |
| 水平三 | | | | | | | | | | | | | | |
| 实验室 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 均值 | SD | RSD |
| 1 | 0.02 | 0.020 | 0.020 | 0.020 | 0.020 | 0.020 | 0.020 | 0.020 | 0.019 | - | - | 0.020 | 0.00024 | 1.22 |
| 2 | 0.019 | 0.018 | 0.018 | 0.019 | 0.018 | 0.018 | 0.018 | 0.018 | 0.019 | - | - | 0.018 | 0.00058 | 3.13 |
| 3 | 0.021 | 0.023 | 0.023 | 0.018 | 0.022 | 0.022 | 0.019 | - | - | - | - | 0.021 | 0.0017 | 8.07 |
| 4 | 0.020 | 0.021 | 0.021 | 0.018 | 0.018 | 0.016 | 0.017 | 0.019 | 0.020 | 0.020 | 0.020 | 0.019 | 0.0015 | 7.86 |