

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.4—20XX

铍合金化学分析方法
第4部分：碳含量的测定
红外吸收法

Methods for chemical analysis of Beryllium alloys—
Part 4: Determination of carbon content—
Infrared absorption method

(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

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 ××××《铍合金化学分析方法》的第4部分，YS/T ××××已发布以下部分：

- 第1部分：铍含量的测定 氟化钾滴定法；
- 第2部分：银、钴和锆含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第3部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第4部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第5部分：氧含量的测定 惰气熔融红外吸收法。

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：西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司、五矿铝业股份有限公司、富蕴恒盛铍业有限责任公司、宁夏中色新材料有限公司。

本文件主要起草人：刘军、马肖、陈红、李晖、殷艺丹、温亚勇、谢奕斌、张新辉、冉梦璇、秦雅男。

引 言

铍合金（铍质量分数范围：60%~65%）具有质量轻、高强度、高比刚度、优异的尺寸稳定性和减振降噪作用，且热膨胀系数低、导热性能良好等诸多优良特征，是国防和航空航天惯性导航系统、飞行器光电系统及其电子器件等结构支撑的重要选材之一，是当前及未来航空航天领域中必不可少的关键材料。因此，通过实验研究建立一套完整、切实可行的铍合金化学成分分析的方法标准十分必要。

YS/T ××××拟由 5 部分组成：

- 第 1 部分：铍含量的测定 氟化钾滴定法；
- 第 2 部分：银、钴和锆含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 3 部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第 5 部分：氧含量的测定 惰气熔融红外吸收法。

本系列方法填补了国内在铍合金检验领域的空白，对提升铍合金材料研发、应用与生产，提供有力支撑。

钹合金化学分析方法

第4部分：碳含量的测定

红外吸收法

警示——钹合金样品有全身性毒作用。本文件并未指出所有可能出现的安全问题。使用本文件的人员应有正规实验室工作的经验。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合有关国家法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了钹合金中碳含量的测定方法。

本文件适用于钹合金中碳含量的测定，测定范围：0.0050%~0.30%。

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

在助熔剂存在下，试料于高频感应炉中通氧燃烧，游离碳及化合碳反应生成的二氧化碳由氧气载至红外气体检测器进行测量。

5 试剂与材料

- 5.1 钨锡助熔剂， $w_c \leq 0.001\%$ 。
- 5.2 纯铁助熔剂， $w_c \leq 0.001\%$ 。
- 5.3 无水高氯酸镁，优级纯。
- 5.4 稀土氧化铜，优级纯。
- 5.5 陶瓷坩埚，25 mm×25 mm。使用前于900 °C~1 000 °C高温炉中灼烧4 h，冷却后置于干燥器中备用。
- 5.6 标准物质/标准样品：应选用相应的标准物质或标准样品。
- 5.7 氧气：体积分数不小于99.99%。
- 5.8 氩气：体积分数不小于99.99%。

6 仪器设备

高频红外碳硫分析仪。

7 样品

样品可以是碎屑状或粉状，屑样单片尺寸不大于5 mm×5 mm。

8 分析步骤

8.1 仪器准备

按仪器要求装配好所有部件，按要求连接电源、载气(氧气)、动力气(氩气)。根据要求更换化学试剂和过滤装置。

8.2 仪器预热

仪器分析前要充分预热，使仪器的各项指标达到设定值。

8.3 仪器检漏

利用仪器检漏程序确定仪器无漏气现象。

8.4 空白试验

按仪器空白检查程序操作，测定 2.0g 钨锡熔剂(5.1)、0.3g 纯铁助熔剂(5.2)和陶瓷坩埚(5.5)以及载气(5.7)的空白，平行测定 3 次~5 次，仪器显示的连续三个空白值的极差不应超过 0.000 5%，进行空白补偿。

8.5 校准程序

8.5.1 选取一种标准物质/标准样品(5.6)，其碳含量包含并接近未知样品的含量，且不超过本方法的检测范围。

8.5.2 按仪器校正程序操作，对该标准物质/标准样品至少分析 3 次~5 次，然后作出标准曲线。

8.5.3 用该标准物质/标准样品作为试样进行分析验证校准。碳的测定结果不应超出标准物质/标准样品(5.6)证书给定的不确定度范围。

8.6 试料

称取 0.10 g~0.20 g 样品，精确到 0.000 1 g。

8.7 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.8 试料分析

选择优化的分析条件，将称好的试料(8.6)放入碳硫坩埚(5.5)中，加入 2.0 g 钨锡助熔剂(5.1)和 0.3 g 纯铁助熔剂(5.2)，把坩埚放在坩埚托上，按仪器测定程序操作，仪器测定并显示出碳的测定结果，样品应做平行试验，取其平均值。结果保留两位有效数字，数字修约按 GB/T 8170 执行。

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，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) 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数据见附录 A。

表1 重复性限

$w_c/\%$	0.018	0.077	0.18
$r/\%$	0.003	0.006	0.03

9.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表2 允许差

$w_c/\%$	>0.0050~0.050	>0.050~0.10	>0.10~0.30
允许差/%	0.004	0.008	0.04

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 测定结果；
- 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

精密度数据是在 2020 年由 3 家实验室分别对碳含量的 3 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室分别对每个水平的碳含量在重复性条件下独立测定 11 次。测量的原始数据见表 A.1。

表 A.1 精密度试验原始数据

元素	实验室	水平数	w/% (n=11)										
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
C	1	1	0.0169	0.0180	0.0174	0.0165	0.0176	0.0178	0.0169	0.0195	0.0164	0.0186	0.0167
		2	0.0737	0.0796	0.0762	0.0779	0.0756	0.0767	0.0775	0.0745	0.0773	0.0782	0.0764
		3	0.188	0.175	0.172	0.195	0.176	0.185	0.188	0.178	0.206	0.189	0.173
	2	1	0.0163	0.0188	0.0167	0.0164	0.0159	0.0166	0.0175	0.0186	0.0158	0.0176	0.0169
		2	0.0791	0.0755	0.0783	0.0789	0.0770	0.0747	0.0737	0.0793	0.0723	0.0787	0.0777
		3	0.198	0.205	0.187	0.195	0.183	0.178	0.206	0.189	0.179	0.198	0.193
	3	1	0.0167	0.0169	0.0198	0.0183	0.0167	0.0188	0.0199	0.0163	0.0186	0.0175	0.0178
		2	0.0804	0.0805	0.0734	0.0781	0.0776	0.0781	0.0786	0.0734	0.0741	0.0779	0.0787
		3	0.196	0.185	0.192	0.175	0.183	0.196	0.207	0.188	0.175	0.199	0.188