

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.5—20XX

## 铍合金化学分析方法 第5部分：氧含量的测定 惰气熔融红外吸收法

Methods for chemical analysis of beryllium alloy—  
Part 5: Determination of oxygen content—  
Inert gas fusion 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

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 ××××《镀合金化学分析方法》第5部分，YS/T ××××已发布以下部分：

- 第1部分：镀含量的测定 氟化钾滴定法；
- 第2部分：银、钴和锗含量的测定 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、富蕴恒盛铝业有限责任公司、宁夏中色新材料有限公司。

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

## 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5部分：氧含量的测定

### 惰气熔融红外吸收法

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氧含量的测定方法。

本文件适用于钹合金中氧含量的测定。测定范围：0.050%~2.00%。

#### 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

试料用镍囊包裹，投入处于惰性气流中的石墨坩埚内，脉冲加热熔融，氧与石墨坩埚中的碳结合形成一氧化碳（经热的稀土氧化铜将一氧化碳转化为二氧化碳），由载气导入红外检测器中进行测量。

#### 5 材料

5.1 标准物质/标准样品：应选用相应的标准物质或标准样品。

5.2 高纯镍囊： $w_0 \leq 0.0005\%$ 。

5.3 铜助熔剂： $w_0 \leq 0.0010\%$ 。

5.4 锡助熔剂： $w_0 \leq 0.0010\%$ 。

- 5.5 高纯石墨坩埚： $w_0 \leq 0.0005\%$ 。
- 5.6 高纯氦气(体积分数不小于99.995%)。
- 5.7 氩气/氮气(体积分数不小于99.9%)。

## 6 仪器设备

红外定氧仪。

## 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（高纯氦气）、动力气（氩气/氮气）。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

空白值包括高纯镍囊（5.2）、铜助熔剂（5.3）、锡助熔剂（5.4）及高纯石墨坩埚（5.5）的空白，至少进行三次空白值测定，仪器显示的连续三个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。

### 8.5 校准程序

8.5.1 选取一种标准物质/标准样品（5.1），其氧含量接近于或高于未知样品的含量，且不超过本方法的检测范围。

8.5.2 按仪器校正程序操作，平行测定标准物质/标准样品（5.1）3次~5次，进行仪器校准。

8.5.3 该标准物质/标准样品（5.1）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（5.1）证书给定的不确定度范围。

### 8.6 试料

称取 0.03 g~0.04 g 试样，精确至 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）用高纯镍囊（5.2）包裹，投入进样器中，于下电极高纯石墨坩埚（5.5）内加入 0.1 g 铜助熔剂（5.3）及 0.05 g 锡助熔剂（5.4），按仪器测定程序操作，仪器测定并显示出氧的测定结果。当  $w_o \leq 1.00\%$  时，所得结果保留两位有效数字； $w_o \geq 1.00\%$  时，所得结果保留至小数点后两位。数字修约按 GB/T 8170 规定执行。

## 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，精密度原始数据参见附录 A，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

$w_o / \%$	0.14	0.65	0.95
$r / \%$	0.02	0.09	0.13

### 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

$w_o / \%$	0.050~0.10	>0.10~0.50	>0.50~1.00	>1.00~2.00
允许差 / %	0.03	0.08	0.15	0.20

## 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 家实验室分别对氧含量的 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氧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
0	1	1	0.138	0.132	0.147	0.143	0.141	0.122	0.135	0.141	0.132	0.138	0.134
		2	0.597	0.588	0.652	0.687	0.658	0.657	0.607	0.665	0.638	0.666	0.634
		3	0.906	0.899	1.010	0.994	0.895	0.898	0.971	0.922	0.985	0.997	0.928
	2	1	0.131	0.128	0.127	0.134	0.131	0.142	0.138	0.138	0.132	0.128	0.141
		2	0.683	0.654	0.622	0.675	0.682	0.658	0.611	0.675	0.639	0.688	0.656
		3	0.880	0.969	0.934	0.997	0.893	0.998	0.950	0.967	0.963	0.962	0.931
	3	1	0.133	0.129	0.125	0.141	0.121	0.127	0.139	0.136	0.136	0.133	0.129
		2	0.618	0.599	0.667	0.638	0.659	0.683	0.617	0.669	0.598	0.682	0.645
		3	0.984	0.912	0.997	0.905	0.992	0.995	0.983	0.917	0.986	0.977	0.989