

ICS 77.120.99

CCS H 14

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.5—202X

钼铼合金化学分析方法  
第5部分：碳和硫含量的测定  
高频燃烧红外吸收法

Methods for chemical analysis of molybdenum rhenium alloy—  
Part 5: Determination of carbon and sulfur contents—  
High frequency combustion with infrared absorption method

(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。

本文件是YS/T XXXX《钼铍合金化学分析方法》的第5部分。YS/T XXXX已经发布了以下部分：

- 第1部分：铍含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第2部分：钼含量的测定 钼酸铅重量法；
- 第3部分：铝、钙、铜、铁、镁、锰、硅、钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第4部分：铝、钙、铜、铁、镁、锰、镍、锡、钨含量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第5部分：碳和硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第6部分：氧和氮含量的测定 惰性气体熔融-红外吸收法和热导法；
- 第7部分：氢含量的测定 惰性气体熔融-红外吸收法和热导法。

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：国合通用测试评价认证股份公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、有研亿金新材料有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、金堆城钼业股份有限公司、紫金铜业有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、湖南火神仪器有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司。

本文件主要起草人：贾国斌、付鹏飞、王长华、白伟华、韩维儒、张博、李涛、徐青、郭飞、王祥德、鲍叶琳、曹海华、罗秀芬、吴银来、谢明明、岳野、王波、赖秋祥、赖晓芳、光小亭、杨耀虎、刘蛟、荣金相、李明。

## 引言

钼铌合金是一种以钼、铌为主要化学成分的二元合金材料。钼铌合金具有优异的性能，在航空航天、电子技术、核工业、医疗器械及加热设备等领域得到广泛地应用。钼铌合金的性能与其化学成分之间有着密切关系，国内缺乏该合金的化学分析方法标准，建立一套针对钼铌合金化学成分的分析方法标准是十分必要的。

YS/T XXXX 拟由以下 7 个部分组成：

- 第1部分：铌含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第2部分：钼含量的测定 钼酸钡重量法；
- 第3部分：铝、钙、铜、铁、镁、锰、硅、钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第4部分：铝、钙、铜、铁、镁、锰、镍、锡、钨含量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第5部分：碳和硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第6部分：氧和氮含量的测定 惰性气体熔融-红外吸收法和热导法；
- 第7部分：氢含量的测定 惰性气体熔融-红外吸收法和热导法。

本文件填补了国内外在钼铌合金化学成分检测领域的空白，对于把控钼铌合金的产品质量、完善其研发和生产工艺具有积极的指导意义。

# 钼铌合金化学分析方法

## 第 5 部分：碳和硫含量的测定

### 高频燃烧红外吸收法

#### 1 范围

本文件规定了钼铌合金中碳和硫含量的测定方法。

本文件适用于钼铌合金中碳和硫含量的测定。测定范围：0.0030%~0.10%。

#### 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

利用气体  $\text{CO}_2$  和  $\text{SO}_2$  对红外线具有选择吸收的原理进行碳和硫元素的定量分析。试料在陶瓷坩埚中，通入氧气经高频感应加热燃烧，试料中的碳和硫氧化生成  $\text{CO}_2$ 、 $\text{SO}_2$ 。经氧气载流送入检测单元， $\text{CO}_2$ 、 $\text{SO}_2$  吸收红外能量，因而检测单元接受的能量减少，根据红外能量的衰减变化与被测气体浓度间的关系可以确定被测气体的浓度，进而求出试料中碳和硫元素的含量。

#### 5 试剂或材料

5.1 纯铁助熔剂： $\omega_{\text{Fe}} \geq 99.8\%$ ， $\omega_{\text{C}} \leq 0.0010\%$ ， $\omega_{\text{S}} \leq 0.0010\%$ 。

5.2 钨锡助熔剂： $\omega_{\text{C}} \leq 0.0008\%$ ， $\omega_{\text{S}} \leq 0.0005\%$ ，其中锡含量 10%~15%。

5.3 碳、硫标准物质（或标准样品）：与待测试样碳含量和硫含量相近的同类物质。

5.4 氧气：体积分数  $\geq 99.95\%$ 。

5.5 干燥剂：无水高氯酸镁，粒度 0.7mm~1.2mm。

5.6 净化剂：烧碱石棉，粒度 0.7mm~1.2mm。

5.7 石英棉。

5.8 陶瓷坩埚：使用前应在高温炉中 900℃灼烧 8 小时或通氧灼烧约 2 小时，冷却后保存在干燥器中备用。

#### 6 仪器设备

高频燃烧红外吸收碳硫测定仪。

## 7 样品

样品经过机械加工成屑状，加工过程中应除去表皮并防止污染，必要时用丙酮清洗。

## 8 试验步骤

### 8.1 仪器准备

仪器分析前要充分预热，按仪器使用说明书调试检查仪器，确认仪器、试剂正常后，启动仪器，使仪器处于正常稳定状态。

### 8.2 仪器检漏

利用仪器检漏程序或其他辅助设备进行检查，确定仪器无漏气现象。

### 8.3 空白试验

依次称取 0.5g（精确至 0.1g）纯铁助熔剂（5.1）和 1.2g（精确至 0.1g）钨锡助熔剂（5.2）置于陶瓷坩埚（5.8）内，于同一量程或通道，按 8.7 进行测定。重复测定直到读数比较稳定为止。记录比较稳定一致的 3~5 次读数，计算平均值，然后进行空白检测或空白补偿。空白值极差不大于 0.0005%，空白值不大于 0.0003%。

### 8.4 仪器校准

选择碳、硫含量大于待测试料的有证标准物质来校正仪器。在选定的通道上按 8.7 操作规范进行 3~5 次分析，选取测量值在标准物质允许误差范围内的结果对系统进行单点曲线校正，得出校正系数。再用与试料碳、硫含量相近的标准物质进行验证，在其允许差范围内方可进行试样分析。

### 8.5 试料

称取 0.15g 样品，精确至 0.0001 g。

### 8.6 平行试验

独立地进行两次测定，取其平均值。

### 8.7 测定

加入 0.5g（精确至 0.1g）纯铁助熔剂（5.1）于陶瓷坩埚（5.8）中，将坩埚置于电子天平上，称量，去皮。再向陶瓷坩埚中加入试料（8.5），并称量、输入试料质量，取下。加入 1.2g（精确至 0.1g）钨锡（5.2）覆盖在试料上，将陶瓷坩埚移至坩埚基座上。按仪器使用说明进行操作，仪器自动进行分析，分析结束后记录碳、硫的质量分数。

## 9 试验数据处理

仪器根据称样量自动计算碳含量和硫含量。计算结果保留两位有效数字，数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

## 10 精密度

### 10.1 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2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（ $r$ ）的情况不超过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参见附录A。

表 1 重复性限

$w_c/\%$	0.0030	0.0050	0.050	0.10
$r/\%$	0.0006	0.0010	0.003	0.01
$w_s/\%$	0.0030	0.010	0.050	0.10
$r/\%$	0.0006	0.002	0.003	0.01

### 10.2 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（ $R$ ）的情况不超过5%，再现性限（ $R$ ）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 再现性限

$w_c/\%$	0.0030	0.0050	0.050	0.10
$R/\%$	0.0012	0.0015	0.004	0.01
$w_s/\%$	0.0030	0.010	0.050	0.10
$R/\%$	0.0007	0.002	0.004	0.01

## 11 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；
- 分析结果及其表示；
- 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

精密度数据是在 2021 年由 7 家实验室对碳含量和硫含量 4 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的碳含量和硫含量在重复性条件下独立测定 7 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	样品水平	元素	w/(n=7)						
			1	2	3	4	5	6	7
1	MoRe5	C	0.00255	0.00200	0.00250	0.00213	0.00263	0.00240	0.00241
	样品 1		0.00521	0.00482	0.00496	0.00506	0.00487	0.00497	0.00501
	样品 2		0.0498	0.0502	0.0501	0.0495	0.0505	0.05030	0.0494
	样品 3		0.0993	0.0991	0.1050	0.0997	0.0989	0.1080	0.0982
	样品 4	S	0.00346	0.00328	0.00285	0.00293	0.00297	0.00342	0.00331
	样品 5		0.0102	0.00996	0.00993	0.0102	0.01010	0.00996	0.01040
	样品 6		0.0493	0.0517	0.0509	0.0497	0.0483	0.0513	0.0494
	样品 7		0.0985	0.0993	0.105	0.0997	0.111	0.0982	0.0998
2	MoRe5	C	0.00359	0.00333	0.00312	0.00372	0.00347	0.00374	0.00315
	样品 1		0.00494	0.00486	0.00516	0.00542	0.00506	0.00476	0.00532
	样品 2		0.0499	0.0495	0.0502	0.0499	0.0498	0.0490	0.0490
	样品 3		0.101	0.100	0.101	0.102	0.101	0.100	0.102
	样品 4	S	0.00334	0.00306	0.00270	0.00311	0.00287	0.00271	0.00282
	样品 5		0.0103	0.0100	0.00997	0.00987	0.00992	0.0102	0.0101
	样品 6		0.0501	0.0495	0.0508	0.0512	0.0478	0.0511	0.0489
	样品 7		0.0992	0.0979	0.1002	0.0961	0.1009	0.0971	0.0981
3	MoRe5	C	0.00267	0.00289	0.00276	0.00281	0.00302	0.00293	0.00294
	样品 1		0.00569	0.00571	0.00553	0.00587	0.00564	0.00530	0.00606
	样品 2		0.0512	0.0501	0.0523	0.0504	0.0505	0.0517	0.0508
	样品 3		0.113	0.0984	0.102	0.0996	0.0987	0.107	0.101
	样品 4	S	0.00326	0.00287	0.00296	0.00341	0.00302	0.00283	0.00334
	样品 5		0.01090	0.01020	0.00984	0.00987	0.01050	0.01100	0.00996
	样品 6		0.0489	0.0481	0.0519	0.0483	0.0508	0.0499	0.0515
	样品 7		0.116	0.101	0.110	0.104	0.102	0.106	0.104
4	MoRe5	C	0.00220	0.00250	0.00261	0.0024	0.00224	0.00264	0.00232
	样品 1		0.00548	0.00515	0.00575	0.00550	0.00560	0.00504	0.00527
	样品 2		0.0483	0.0507	0.0469	0.0522	0.0507	0.0555	0.0478
	样品 3		0.103	0.111	0.108	0.110	0.101	0.104	0.100

表A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	样品水平	元素	w/(n=7)						
			1	2	3	4	5	6	7
4	样品 4	S	0.00334	0.00298	0.00338	0.00352	0.00315	0.00328	0.00340
	样品 5		0.0102	0.0108	0.0109	0.0110	0.0103	0.0100	0.0106
	样品 6		0.0513	0.0503	0.0491	0.0494	0.0492	0.0486	0.0503
	样品 7		0.100	0.101	0.103	0.103	0.102	0.097	0.102
5	MoRe5	C	0.00236	0.00233	0.00237	0.00234	0.00245	0.00246	0.00246
	样品 1		0.0055	0.0054	0.0051	0.0055	0.0058	0.0051	0.0055
	样品 2		0.0520	0.0582	0.0507	0.0566	0.0526	0.0516	0.0567
	样品 3		0.106	0.103	0.116	0.110	0.105	0.090	0.096
	样品 4	S	0.0030	0.0031	0.0030	0.0030	0.0031	0.0030	0.0030
	样品 5		0.0116	0.0102	0.0093	0.0097	0.0103	0.0104	0.0097
	样品 6		0.0496	0.0506	0.0499	0.0503	0.0496	0.0508	0.0519
	样品 7		0.099	0.096	0.103	0.095	0.102	0.110	0.108
6	MoRe5	C	0.00238	0.00239	0.00242	0.00221	0.00249	0.00219	0.00246
	样品 1		0.00520	0.00590	0.00499	0.00576	0.00510	0.00490	0.00556
	样品 2		0.0500	0.0505	0.0496	0.0498	0.0501	0.0498	0.0503
	样品 3		0.103	0.0993	0.098	0.101	0.104	0.0996	0.106
	样品 4	S	0.00340	0.00336	0.00288	0.00348	0.00334	0.00299	0.00308
	样品 5		0.01010	0.01020	0.00998	0.01030	0.00996	0.00997	0.01030
	样品 6		0.0507	0.0499	0.0504	0.0514	0.0511	0.0494	0.0506
	样品 7		0.105	0.0994	0.0988	0.0985	0.104	0.098	0.0997
7	MoRe5	C	0.00246	0.00227	0.00234	0.00267	0.00260	0.00258	0.00247
	样品 1		0.00576	0.00597	0.00567	0.00581	0.00532	0.00546	0.00557
	样品 2		0.0494	0.0474	0.0501	0.0487	0.0486	0.0498	0.0481
	样品 3		0.102	0.100	0.103	0.101	0.101	0.103	0.104
	样品 4	S	0.00351	0.00329	0.00317	0.00367	0.00346	0.00312	0.00332
	样品 5		0.0104	0.0102	0.0105	0.0101	0.0105	0.0102	0.0104
	样品 6		0.0494	0.0479	0.0483	0.0505	0.0488	0.0499	0.0489
	样品 7		0.102	0.101	0.102	0.100	0.101	0.101	0.101