

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.6—20XX

钼铼合金化学分析方法
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

Methods for chemical analysis of molybdenum rhenium alloy—

Part 6: Determination of oxygen and nitrogen contents—

Inert gas fusion - infrared detection and thermal conductivity 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》给出的规则起草。

本文件是YS/T XXXX《钨铼合金化学分析方法》的第6部分。YS/T XXXX已经发布以下部分:

- 第1部分: 铼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第2部分: 钨含量的测定 钨酸钡重量法;
- 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。

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、中铼新材料有限公司、国合通用(青岛)测试评价有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、有研亿金新材料有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、金堆城钨业股份有限公司、西部新铈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: 李涛、王长华、张璇、白伟华、贾国斌、李爱娣、郭飞、薛婷婷、曹海华、周恺、鲍叶琳、庄艾春、王津、熊晓燕、谢明明、岳野、王波、王郭亮、严璐、李维敏、惠泊宁、荣金相、荣亚琼、刘明珠、郭雪琪。

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。

本文件拟由7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。

本文件的制定为钼铌合金中氧、氮杂质含量测定提供了重要依据，填补了国内外空白，对于提高检测结果的可靠性和可比性、减少供应商和客户之间因检测误差造成的商业纠纷、助力钼铌合金产业化发展具有十分重要的作用。

钼铌合金化学分析方法

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

1 范围

本文件规定了钼铌合金中氧和氮含量的测定方法。

本文件适用于钼铌合金中氧和氮含量的测定。测定范围：0.002%~0.05%。

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

将试料与助熔剂加入石墨坩埚，在惰性气体（氦气）保护下加热熔融，其中氧与坩埚中碳结合形成一氧化碳和少量二氧化碳，氮以分子形式释放。二氧化碳和一氧化碳随载气流进入红外检测器，检测器输出信号，计算机系统根据样品质量计算氧含量，结果以质量分数表示。一氧化碳被氧化成二氧化碳，最终气路中的二氧化碳被吸收，剩余氮气随载气（氦气）进入热导检测器，检测器输出信号，计算机系统根据样品质量计算氮含量，结果以质量分数表示。

5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

5.1 丙酮。

5.2 石墨坩埚：光谱纯。

5.3 镍囊或镍箔（厚度 ≤ 0.05 mm， $w_0 \leq 0.001\%$ ， $w_N \leq 0.00008\%$ ）。

5.4 镍篮（ $w_0 \leq 0.0005\%$ ， $w_N \leq 0.00005\%$ ）。

5.5 高氯酸镁。

5.6 碱石棉。

5.7 稀土氧化铜。

5.8 纯铜丝。

5.9 氦气，体积分数不小于 99.99%。

5.10 标准物质 / 标准样品：材质应与试料相近，且氧 / 氮含量略高于试料中的氧 / 氮含量。

6 仪器设备

氧氮测定仪或氧氮氢测定仪。

7 样品

7.1 块状样品在砂轮机上打磨其表面，加工成质量为 0.05g~0.08g 的颗粒，经丙酮清洗，取出后冷风吹干，称重，装入镍篮。

7.2 粉末样品装入预先称量的镍囊，称量，封口。

7.3 处理好的样品在分析检测前不能有任何污染，检测过程中应使用镊子进行夹取。

8 分析步骤

8.1 仪器准备

按仪器制造商的要求装配好所有部件，按要求连接电源载气、动力气。根据要求更换化学试剂管和过滤装置。

8.2 仪器预热

分析前要充分预热，预热时间不低于 2 个小时，确保仪器运行正常。

8.3 仪器检漏

利用仪器检漏程序或其他辅助设备确定仪器无漏气现象。

8.4 空白试验

空白值包括坩埚和助熔剂的空白。将助熔剂放入坩埚中，平行测定 3~5 次，每次更换新坩埚，取平均值，然后进行空白补偿。氧的空白值不大于 0.0005%，极差不大于 0.0002%；氮的空白值不大于 0.0002%，极差不大于 0.00005%。

8.5 仪器校准

平行测试 3~5 个标准物质 / 标准样品 (5.10)，计算这些结果的平均值。平均值与标准值相符，不超出标准物质证书给定的不确定度范围，否则需要进行系统校准。

8.6 试料

称取 0.05 g~0.08 g 样品 (7)，精确至 0.0001 g。

8.7 平行试验

独立地进行两次试验，取其平均值。

8.8 测定

选择优化的分析条件，将称好的试料用 0.2g 的镍箔 (5.3) 和 1.5g 的镍篮 (5.4) 包好，置于进样器中，升起机械装置，关闭炉门，开始检测。由仪器自动显示测定结果。在连续检测过程中，将标准物质 / 标准样品 (5.10) 间隔插入，用于监控是否有漂移和验证最初的有效性。

9 试验数据处理

仪器根据称样量自动计算氧含量和氮含量。计算结果表示到小数点后 4 位，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，在以下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加附录A。

表 1 氧、氮元素重复性限

$w_0/\%$	0.0075	0.0151	0.0454
$r/\%$	0.0011	0.0018	0.0026
$w_5/\%$	0.0025	0.0208	0.0501
$r/\%$	0.0005	0.0039	0.0043

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，在以下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 氧、氮元素再现性限

$w_0/\%$	0.0075	0.0151	0.0454
$R/\%$	0.0020	0.0027	0.0046
$w_5/\%$	0.0025	0.0208	0.0501
$R/\%$	0.0007	0.0044	0.0052

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

2021年由5家实验室对氧含量和氮含量的5个不同含量水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的杂质元素含量在重复性条件下独立测定7次。测量的原始数据见表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	1#	O	0.00761	0.00823	0.00792	0.00831	0.00811	0.00782	0.00761
		N	0.00052	0.00046	0.00047	0.0005	0.00051	0.00053	0.00054
	2#	O	0.0153	0.0155	0.0156	0.0153	0.0157	0.0153	0.0155
		N	0.00127	0.00125	0.0013	0.00129	0.00129	0.00131	0.00128
	3#	O	0.0447	0.0451	0.0451	0.0452	0.0453	0.0448	0.0449
		N	0.00227	0.00225	0.00231	0.00229	0.00224	0.00233	0.00228
4#	N	0.0521	0.0481	0.0472	0.0511	0.0512	0.0533	0.0501	
5#	N	0.0201	0.0171	0.0191	0.0202	0.0201	0.0212	0.0194	
2	1#	O	0.00764	0.00793	0.00796	0.00793	0.00735	0.00759	0.00749
		N	0.00172	0.00162	0.00166	0.00192	0.00185	0.00181	0.00186
	2#	O	0.0121	0.0127	0.0129	0.0097	0.0129	0.0128	0.0125
		N	0.00115	0.00132	0.00121	0.00109	0.00113	0.00107	0.00127
	3#	O	0.0454	0.0424	0.0394	0.0429	0.042	0.0424	0.0421
		N	0.00199	0.0023	0.00198	0.00205	0.00222	0.00228	0.00218
4#	N	0.0487	0.0481	0.0473	0.0488	0.0504	0.0516	0.052	
5#	N	0.0211	0.0187	0.019	0.0221	0.0183	0.0207	0.0218	
3	1#	O	0.00551	0.00582	0.00571	0.00602	0.00592	0.00551	0.00572
		N	0.00064	0.00071	0.00067	0.00064	0.00065	0.00074	0.00066
	2#	O	0.0179	0.0176	0.0173	0.0178	0.0174	0.0177	0.0175
		N	0.00142	0.00147	0.00139	0.00143	0.00144	0.00145	0.00153
	3#	O	0.0463	0.0459	0.0466	0.0461	0.0463	0.0468	0.0471
		N	0.00315	0.00309	0.00319	0.00316	0.00309	0.00318	0.00325
4#	N	0.0527	0.0486	0.0508	0.0501	0.0481	0.0519	0.0525	
5#	N	0.0221	0.0254	0.0233	0.0212	0.0221	0.0244	0.0243	
4	1#	O	0.0073	0.009	0.0075	0.0073	0.0075	0.0079	0.0069
		N	0.00052	0.00061	0.00059	0.00069	0.00051	0.00042	0.00066
	2#	O	0.0159	0.0167	0.0163	0.015	0.016	0.0149	0.0146
		N	0.0011	0.001	0.0012	0.0014	0.0015	0.0009	0.001
	3#	O	0.0482	0.047	0.0468	0.0475	0.0465	0.047	0.0459
		N	0.0024	0.0029	0.003	0.0032	0.003	0.0035	0.0031
4#	N	0.053	0.048	0.046	0.052	0.051	0.052	0.051	
5#	N	0.02	0.017	0.018	0.02	0.018	0.019	0.019	

表A.1 精密度试验原始数据(续)

实验室	样品水平	元素	$w_i/\%$ (n=7)						
			1	2	3	4	5	6	7
5	1#	O	0.00818	0.00832	0.00868	0.00852	0.00891	0.00803	0.00877
		N	0.00037	0.00044	0.00046	0.00042	0.00038	0.00039	0.00045
	2#	O	0.0151	0.0142	0.0149	0.0145	0.0150	0.0148	0.0144
		N	0.00145	0.00162	0.00134	0.00154	0.00147	0.00136	0.00142
	3#	O	0.0460	0.0465	0.0459	0.0461	0.0463	0.0466	0.0462
		N	0.00282	0.00256	0.00273	0.00269	0.00275	0.00262	0.00274
	4#	N	0.0487	0.0515	0.0492	0.0501	0.0507	0.0486	0.0475
	5#	N	0.0232	0.0214	0.0220	0.0235	0.0208	0.0243	0.0211

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