

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.7—202X

钼铼合金化学分析方法
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

Methods for chemical analysis of molybdenum rhenium alloy—

Part 7: Determination of hydrogen content—

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7部分。YS/T XXXX已经发布了以下部分：

- 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、广东省科学院工业分析检测中心、中铼新材料有限公司、金堆城钼业股份有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、有研亿金新材料有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、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、白伟华、贾国斌、李爱娣、张璇、庄艾春、王津、熊晓燕、谢明明、岳野、王郭亮、王波、曹海华、周恺、郭飞、薛婷婷、严璐、李维敏、惠泊宁、鲍叶琳、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，国内缺乏钼铌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氢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 7 部分：氢含量的测定

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氢含量的测定方法。

本文件适用于钼铌合金中氢含量的测定。测定范围：0.005%~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，在惰性气体保护下熔融，试料中的氢以氢气形式析出，可采用热导法直接检测，也可将氢气氧化为水，用红外检测池检测，计算机系统根据试料质量计算氢含量，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。
- 5.3 镍囊 ($w_H \leq 0.00005\%$)。
- 5.4 氩气或氮气，体积分数不小于 99.995%。
- 5.5 标准物质 / 标准样品：与待测试料氢含量相近的同类物质。

6 仪器设备

惰性气体熔融—热导 / 红外检测氢分析仪。

7 样品

- 7.1 样品应密封保存。
- 7.2 块状样品中心取样，用丙酮（5.1）洗净，晾干。
- 7.3 样品在操作过程中不能被污染，用镊子夹取。

8 试验步骤

8.1 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。

8.2 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。

8.3 仪器校准

选用有证标准物质 / 标准样品 (5.5)，平行测试 3~5 次，计算氢的平均值，平均值与标准值相符，不超出标准物质 / 标准样品证书给定的不确定度范围，否则需要进行系统校准。

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 (5.2) 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。空白值不大于 0.0005%，极差不大于 0.0002%。

8.5 试料

称取 0.10 g 样品 (7)，精确至 0.0001 g。

8.6 平行试验

独立地进行两次试验，取其平均值。

8.7 测定

选择优化的分析条件，将装有样品的镍囊 (5.3) 放入加样器，并将空石墨坩埚放置在下电极上，进行样品分析。

9 试验数据处理

仪器根据称样量自动计算氢含量。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 重复性限

$w_H/\%$	0.0043	0.0070	0.0127	0.0194
$r/\%$	0.0005	0.0015	0.0018	0.0027

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 再现性限

$m_i/\%$	0.0043	0.0070	0.0127	0.0194
$R/\%$	0.0010	0.0020	0.0023	0.0040

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家实验室对氢含量的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。测定的原始数据见表A.1。

实验室	样品水平	$w_i/\%$ (n=7)						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1#	0.00461	0.00452	0.00471	0.00444	0.00471	0.00432	0.00431
	2#	0.00521	0.00532	0.00541	0.00512	0.00501	0.00551	0.00573
	3#	0.00712	0.00711	0.00731	0.00691	0.00721	0.00712	0.0072
	4#	0.0121	0.0132	0.0121	0.0141	0.0132	0.0122	0.0121
	5#	0.0191	0.0195	0.0189	0.0182	0.0191	0.0201	0.0195
2	1#	0.00446	0.00406	0.00405	0.00454	0.00407	0.0044	0.00404
	2#	0.00506	0.00548	0.00524	0.00603	0.00625	0.0054	0.00557
	3#	0.00689	0.00698	0.00674	0.00689	0.00668	0.00676	0.00674
	4#	0.0118	0.0116	0.0124	0.0128	0.0114	0.0119	0.0123
	5#	0.0203	0.0204	0.0206	0.02	0.0213	0.0197	0.0194
3	1#	0.00481	0.00481	0.00462	0.00473	0.00482	0.00482	0.00491
	2#	0.00451	0.00462	0.00532	0.00513	0.00553	0.00472	0.00523
	3#	0.00731	0.00751	0.00701	0.00681	0.00716	0.00739	0.00718
	4#	0.0132	0.0132	0.0131	0.0132	0.0131	0.0131	0.0132
	5#	0.0191	0.0205	0.0202	0.0201	0.0202	0.0214	0.0202
4	1#	0.004	0.0042	0.0039	0.0045	0.0044	0.004	0.0043
	2#	0.0045	0.0048	0.0051	0.0044	0.0053	0.005	0.0046
	3#	0.0069	0.0067	0.007	0.0073	0.0066	0.007	0.0068
	4#	0.013	0.012	0.013	0.012	0.014	0.014	0.012
	5#	0.018	0.018	0.021	0.021	0.02	0.019	0.02
5	1#	0.00402	0.00384	0.00403	0.00422	0.00418	0.00367	0.00393
	2#	0.00632	0.00579	0.00628	0.00602	0.00621	0.00567	0.00592
	3#	0.00703	0.00639	0.00668	0.00661	0.00650	0.00672	0.00707
	4#	0.0113	0.0132	0.0116	0.0124	0.0125	0.0114	0.0121
	5#	0.0187	0.0176	0.0185	0.0176	0.0163	0.0181	0.0167