

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 424.4—XXXX

代替 YS/T 424.4—2000

二硼化钛粉化学分析方法 第 4 部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法

Methods for chemical analysis of titanium diboride powder—

Part 4: Determination of carbon content—

High frequency combustion—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 424-202X《二硼化钛粉化学分析方法》的第4部分。YS/T 424-202X 已经发布了以下部分：

- 第1部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法；
- 第2部分：总硼含量的测定 中和滴定法；
- 第3部分：铁含量的测定 1,10-邻二氮杂菲分光光度法；
- 第4部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第5部分：氧含量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法。

本文件代替 YS/T 424.4-2000《二硼化钛粉末化学分析方法 碳量的测定》，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 标准名称更改为《二硼化钛粉化学分析方法 第4部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法》；
- b) 更改了测定范围（见第1章，2000年版的第1章）；
- c) 增加了规范性引用文件、术语和定义（见第2章、第3章）；
- d) 更改了原理表述（见第4章，2000年版的第2章）；
- e) 更改了试剂和材料（见第5章，2000年版的第3章）；
- f) 删除了仪器的具体要求（见2000年版的第4章）；
- g) 增加了样品要求（见第7章）；
- h) 更改了仪器准备、仪器检漏、空白试验和仪器校准要求（见8.1~8.4，2000年版的5.3.1~5.3.4）；
- i) 更改了样品称样量，删除了“独立地进行3次测定，取其平均值”（见8.5.1，2000年版的5.1）；
- j) 增加了平行试验（见8.5.2）；
- k) 更改了试验结果小数位数要求（见8.5.4，2000年版的第6章）；
- l) 更改了允许差（见第9章，2000年版的第7章）；
- m) 增加了试验报告条款（见第10章）；
- n) 删除了附录A（见2000年版的附录A）。

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/TC243）提出并归口。

本文件起草单位：中南大学、北矿检测技术有限公司、长沙矿冶院检测技术有限责任公司、广东省科学院工业分析检测中心、国标(北京)检验认证有限公司、贵州省分析测试研究院、湖南华威景程材料科技有限公司。

本文件主要起草人：郑灵芝、奉冬文、黄志锋、王守仁、徐晓艳、阮桂色、朱志远、杨炳红、庄艾春、陈晓东、贾国斌、付鹏飞、王昌金、刘江、彭志明、彭波林。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2000年首次发布为 YS/T 424.4-2000；
- 本次为第一次修订。

引 言

二硼化钛粉是一种灰黑色粉末，具有极好的化学稳定性和抗热振性能，抗氧化温度高，能抗 1100℃ 以下的氧化，其制品具有较高的强度和韧性。

二硼化钛及其复合材料已引起广泛关注，被公认为是具有推广价值和应用前景的高新技术材料。

YS/T 424-202X 旨在完善二硼化钛粉化学分析方法，拟由 5 部分组成：

- 第 1 部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法；
- 第 2 部分：总硼含量的测定 中和滴定法；
- 第 3 部分：铁含量的测定 1,10-邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 4 部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 5 部分：氧含量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法。

本文件采用高频燃烧红外吸收法测定二硼化钛粉中的碳含量，测定范围为 0.010%~4.00%。

本文件完善了二硼化钛粉的产业链，有利于生产企业和使用加工企业采用统一的分析方法开展质量检验工作，有利于市场公平交易环境的形成，具有较大的社会效益。

二硼化钛粉化学分析方法

第4部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法

1 范围

本文件规定了二硼化钛粉中碳含量的测定方法。

本文件适用于二硼化钛粉中碳含量的测定。测定范围：0.010%~4.00%。

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

试样在助熔剂和氧气流存在下，于高频感应炉中加热燃烧，碳生成二氧化碳气体由氧气流载至红外吸收池，仪器自动测量其红外吸收值后，计算并显示结果。

5 试剂和材料

5.1 高纯铁钨混合助熔剂（1+1）。

5.2 无水高氯酸镁。

5.3 碱石棉。

5.4 玻璃棉。

5.5 脱脂棉。

5.6 镀铂硅胶。

5.7 氧气，体积分数不小于99.95%。

5.8 动力气，氮气或压缩空气，体积分数不小于99.5%。

5.9 坩埚：陶瓷坩埚（直径25 mm×25 mm），使用前应在大于1100℃氧气流中灼烧1 h~1.5 h，取出置于干燥器内冷却备用（两天内有效）。

5.10 标准样品：选择与样品成分、含量相近的有证系列标准样品或其他适用标准样品。

5.11 超低碳样品：选择与样品成分相近或其他适用的超低碳样（ $w_c \leq 0.0005\%$ ）。

6 仪器设备

高频感应红外吸收定碳分析仪。

7 样品

样品为粉末状，粒度应不大于 0.104 mm。

8 试验步骤

8.1 仪器准备

按仪器确定的工作条件以及仪器使用说明书做开机准备，开机前检查无水高氯酸镁（5.2）、碱石棉（5.3）、玻璃棉（5.4）、脱脂棉（5.5）、镀铂硅胶（5.6）是否正常，否则应更换。分析前应充分预热，调试检查仪器，使仪器各参数处于正常状态。

8.2 仪器检漏

打开氧气（5.7）和动力气（5.8）开关，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 空白试验

依次称取 0.20 g（精确至 0.0001 g）与待测样品同类型的超低碳样品（5.11）（如没有同种超低碳样品，可不加样品，直接手动输入质量 0.2000 g）、1.5g 高纯铁钨混合助熔剂（5.1）置于坩埚（5.9）内，于同一量程或通道，按仪器说明书中步骤进行分析，至少测定三次，差值不大于 0.0003%。取三次测定结果的平均值作为空白值。

8.4 仪器校准

8.4.1 依次称取 0.20 g（精确至 0.0001 g）标准样品（5.10）、1.5g 高纯铁钨混合助熔剂（5.1）置于坩埚（5.9）内，于同一量程或通道，按仪器说明书中步骤进行分析，至少测定三次，差值不大于 0.0003%。取平均值进行仪器校正。

8.4.2 当分析条件发生变化时，如氧气流量、量程或通道、坩埚或助熔剂空白值已发生变化时，都要求重新进行空白试验和仪器校准。

8.5 试料分析

8.5.1 试料

称取 0.20 g 样品，精确至 0.0001 g。

8.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.5.3 测定

依次将试料（8.5.1）、1.5g 高纯铁钨混合助熔剂（5.1）置于坩埚（5.9）中。按仪器说明书中步骤进行分析，仪器自动扣除空白值后显示碳的含量。

8.5.4 碳含量（质量分数）

碳含量由计算机自动算出，按 GB/T 8170 的规定进行数值修约。碳含量不小于 0.10% 时，测定结果精确到小数点后二位；碳含量小于 0.10% 时，测定结果精确到小数点后三位。

9 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 允许差

碳含量 %	允许差 %
0.010~0.035	0.002
>0.035~0.15	0.003
>0.15~1.00	0.01
>1.00~4.00	0.02

10 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。