

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 424.5—XXXX

代替 YS/T 424.5-2000

## 二硼化钛粉化学分析方法

### 第5部分：氧含量的测定

#### 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法

Methods for chemical analysis of titanium diboride powder—

Part 5: Determination of oxygen content—

Pulse heating inert gas fusion-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

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 424-202X《二硼化钛粉化学分析方法》的第5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 424.5-2000《二硼化钛粉末化学分析方法 氧量的测定》，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5部分：氧含量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法》；
- b) 增加了规范性引用文件、术语和定义（见第2章、第3章）；
- c) 更改了原理表述（见第4章，2000年版的第2章）；
- d) 更改了试剂和材料（见第5章，2000年版的第3章）；
- e) 增加了“或氧氮（氢）分析仪”（见第6章）；
- f) 删除了仪器的具体要求（见2000年版的第4章）；
- g) 更改了样品要求（见第7章，2000年版的第5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6.2）；
- 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6.1）；
- j) 增加了平行试验（见8.5.2）；
- k) 更改了测定要求（见8.5.3，2000年版的6.3）；
- l) 增加了试验报告条款（见第10章）；
- m) 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/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：中南大学、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、长沙矿冶院检测技术有限责任公司、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、谭朝晖、庄艾春、王津、王长华、侯亚丽、朱志远、杨林、李松、殷姝雅、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 424.5-2000；
- 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。

本文件采用脉冲加热惰气熔融-红外吸收法测定二硼化钛粉中的氧含量，测定范围为不大于 5.00%。

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5部分：氧含量的测定 脉冲加热情气熔融-红外吸收法

#### 1 范围

本文件规定了二硼化钛粉中氧含量的测定方法。

本文件适用于二硼化钛粉中氧含量的测定。测定范围：不大于 5.00%。

#### 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

在助熔剂存在下，试料置于经高温脱气处理过的石墨坩埚中，在惰性气体保护下高温熔融，试料中的氧与石墨坩埚中的碳结合为一氧化碳或二氧化碳释出，通过氧化铜转化炉全部成为二氧化碳后进入红外吸收检测器，仪器自动测量其对红外池的吸收值，计算系统通过与标准样品比对计算氧含量。

#### 5 试剂和材料

5.1 无水高氯酸镁。

5.2 碱石棉。

5.3 氧化铜或稀土氧化铜。

5.4 锡囊，氧含量小于 0.0005%。

5.5 镍篮，将镍篮置于 50℃~60℃ 的冰乙酸-硝酸-盐酸混合溶液 (5.11) 中浸泡 30 s~60 s 后，再依次用水、乙醇、丙酮各清洗 30 s，取出后浸泡在丙酮溶液中备用，用之前取出风干。清洗后风干的镍篮需在 4 h 内使用。

5.6 石墨坩埚。

5.7 净化剂（铜屑或铜丝）。

5.8 冰乙酸 ( $\rho=1.05$  g/mL)。

5.9 盐酸 ( $\rho=1.19$  g/mL)。

5.10 硝酸 ( $\rho=1.42$  g/mL)。

5.11 冰乙酸-硝酸-盐酸混合溶液：75 mL 冰乙酸 (5.8)、25 mL 硝酸 (5.10) 与 2 mL 盐酸 (5.9) 混匀。

5.12 惰性气（氮气或氩气）：体积分数不小于 99.99%。

5.13 动力气：氮气或压缩空气，体积分数不小于 99.9%。

5.14 标准样品：选择与试样成分、含量相近的有证系列标准样品或其他适用标准样品。

## 6 仪器设备

脉冲加热惰气熔融红外吸收定氧仪或氧氮（氢）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开机准备，开机前检查无水高氯酸镁（5.1）、碱石棉（5.2）、氧化铜或稀土氧化铜（5.3）、净化剂（5.7）是否正常，否则应更换。仪器分析前应充分预热，调试检查仪器，使仪器各参数处于正常状态。

### 8.2 仪器检漏

打开惰性气（5.12）和动力气（5.13）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

不加样品，加入与分析试样等量的锡囊（5.4）和镍篮（5.5），按仪器使用说明书中仪器空白校准进行空白分析，至少测定 3 次，得到稳定的空白值，差值不大于 0.0003%。取平均值即空白值。

### 8.4 仪器校准

8.4.1 称取 0.10 g（或与样品质量相近）标准样品（5.14），精确至 0.000 1 g，用锡囊（5.4）包裹标准样品并卷紧后，置于镍篮（5.5）内，将镍篮开口夹好，以免试料包掉出。

8.4.2 按仪器使用说明书中仪器校准步骤进行分析：将包好样品放进仪器进样装置中，按下分析键，将洁净的石墨坩埚（5.6）置于坩埚架上，再次按下分析键，仪器自动分析。

8.4.3 至少测定 3 次，得到稳定的标准值，其差值不大于 0.0003%。取平均值进行校准，得到仪器校准值。

### 8.5 试料分析

#### 8.5.1 试料

按表 1 称取样品，精确至 0.0001 g。

表 1 试料量

氧含量 %	试料量 g
≤0.10	0.15
>0.10~1.00	0.10
>1.00~5.00	0.050

## 8.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

## 8.5.3 测定

8.5.3.1 用锡囊将试料（8.5.1）包裹并卷紧后置于镍篮内，将镍篮开口夹好，以免试料包掉出。

8.5.3.2 按仪器说明书中分析步骤进行操作：将包好的试料置于进样装置中，按下分析键，将洁净的石墨坩埚（5.6）置于坩埚架上，再次按下分析键，仪器自动分析。扣除空白值并与标准样品的氧含量进行比对，计算出试料的氧含量。

8.5.3.3 氧含量由计算机自动算出，按 GB/T 8170 的规定进行数值修约，测定结果精确至小数后两位。

## 9 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 允许差

氧含量 %	允许差 %
≤0.50	0.02
>0.50~2.00	0.05
>2.00~5.00	0.12

## 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。