

前 言

本标准是在广泛收集二硼化钛粉末的生产厂家和用户意见的基础上,通过大量方法试验并再次征求有关单位意见后编制而成。

本标准所测定的氧量是试料中的总氧含量。本标准采用了灵敏、准确、可靠的情气熔融-红外吸收法测定核级碳化硼中的氧量。

本标准遵守:

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所提出。

本标准由中南工业大学粉末冶金研究所负责起草。

本标准主要起草人:刘若鸣、肖彩林、奉冬文、廖寄乔。

中华人民共和国有色金属行业标准

二硼化钛粉末化学分析方法 氧量的测定

YS/T 424.5-2000

Methods for chemical analysis of titanium diboride
powder—Determination of oxygen content

1 范围

本标准规定了二硼化钛粉末中氧含量的测定方法。

本标准适用于二硼化钛粉末中氧含量的测定。测定范围：不大于 5.0%。

2 方法原理

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，在载气流中高温熔融。试料中的氧被还原为一氧化碳释出，再通过氧化铜转化炉转化成二氧化碳后进入红外吸收检测器，仪器自动测量其对红外能的吸收值，并进行计算显示结果。

3 试剂和材料

3.1 净化剂(铜屑)。

3.2 氧化铜。

3.3 无水过硫酸镁。

3.4 玻璃棉。

3.5 石墨坩埚。

3.6 冰乙酸-硝酸-盐酸混合溶液：75 mL 冰乙酸(ρ 1.05 g/mL)、25 mL 硝酸(ρ 1.42 g/mL)与 2 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL)混匀。

3.7 锡囊。

3.8 镍篮：将镍篮置于 50~60℃ 的混合溶液(3.6)中浸泡 30~60 s 后，在冷水流中冲洗 2~3 min，再在丙酮中清洗，用冷风干燥后置于干燥器中备用，清洗后的镍篮需在 4 h 内使用。

3.9 载气(氮气或氩气)：99.99%。

3.10 动力气：氮气或压缩空气。

3.11 石墨粉：光谱纯。

3.12 标准样品：氧含量为 0.02%~0.1%。

4 仪器

脉冲加热情气熔融红外吸收定氧仪(工作条件参见附录 A)；

脉冲加热炉功率：不小于 7 kW；

脉冲加热炉电流：1 180 A；

检测灵敏度：1 μ g/g。

国家有色金属工业局 2000-03-29 批准

2000-10-01 实施

5 试样

样品粒度应不大于 0.074 mm。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试料,精确度应符合表 1 要求;
独立地进行 3 次测定,取其平均值。

表 1

含氧量, %	试料量, g
≤0.10	1.000
>0.10~1.00	0.100 0
>1.00~2.00	0.050 00
>2.00~3.00	0.030 00
>3.00~5.00	0.020 00

6.2 仪器准备

6.2.1 按附录 A 确定测定的条件,按仪器说明书准备好仪器待用。

6.2.2 校正空白

6.2.2.1 输入 1.000 0 g 质量值;

6.2.2.2 将锡囊内空气挤出并卷紧,置于一个镍篮内,然后将其置于进样装置中;

6.2.2.3 向石墨坩埚中加入 0.2 g 石墨粉,放到下电极上,关闭炉子;

6.2.2.4 按仪器说明书中校正空白步骤进行操作,重复 3~5 份,得到一组重现性较好的结果,并用这些分析结果计算空白值。

6.2.3 校正仪器

6.2.3.1 称取 1 g 标准样品,精确至 0.000 1 g;

6.2.3.2 用锡囊包裹标准样品并卷紧后,置于一个镍篮内,并将其置于进样装置中;

6.2.3.3 向石墨坩埚中加入 0.2 g 石墨粉,放到下电极上,关闭炉子;

6.2.3.4 按仪器说明书中校正仪器步骤进行操作,重复 3~5 份,得到一组重现性较好的结果,并用这些分析结果计算校正值。

6.3 测定

6.3.1 用锡囊将试料包裹并卷紧后置于一个镍篮内,并将其置于进样装置中;

6.3.2 向石墨坩埚中加入 0.2 g 石墨粉,放到下电极上,关闭炉子;

6.3.3 按仪器说明书中分析步骤进行操作,仪器自动扣除空白值后显示并打印出氧的百分含量。

7 分析结果的表述

氧含量(%)由计算机自动算出。

所得结果表示至二位小数。

8 允许差

实验室间的分析结果的差值应不大于表 2 所列的允许差。

表 2

%

含 氧 量	允 许 差
≤ 0.50	0.02
$> 0.50 \sim 2.00$	0.05
$> 2.00 \sim 5.00$	0.12

附 录 A

(提示的附录)

使用 TC-436 EF-400 氮/氧分析仪测定氧的参考工作条件

载气:氮气 99.99%;

输入氮气压力:0.4 MPa;

最短分析时间:35 s;

比较水平:1.00;

分析功率:6 000 W;

分析电流:1 100 A;

脱气功率:7 000 W;

脱气电流:1 180 A;

脱气时间:20 s;

分析延时:20 s;

熔炉控制:功率;

石墨坩埚:775-433 石墨坩埚及 775-431 内套。