

铜及铜合金化学分析方法 氧量的测定

代替 GB 5121.8—85

Copper and copper alloys—Determination of oxygen content

1 范围

本标准规定了铜及铜合金中氧含量的测定方法。

本标准适用于铜及铜合金中氧含量的测定。测定范围：0.000 30%~0.11%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 14265—93 金属材料中氢、氧、氮、碳和硫分析方法通则

3 方法提要

将预先制好的试料，投入经高温脱气的石墨坩埚中，在氮(或氩)气流中加热熔融，试料中的氧呈一氧化碳析出或随同氮(或氩)气通过 400℃ 的稀土氧化铜炉，使一氧化碳氧化成二氧化碳，导入红外检测器进行测定。由计算机自动给出氧的含量。

4 试剂和材料

4.1 氮(或氩)气：纯度不低于 99.95%。

4.2 动力气：氮气、氩气或压缩空气，其杂质(油和水)小于 0.5%。

4.3 无水乙醇。

4.4 稀土氧化铜。

4.5 无水高氯酸镁。

4.6 碱石棉。

4.7 玻璃棉。

4.8 真空硅胶。

4.9 混合酸：28 mL 磷酸(ρ 1.69 g/mL)、10 mL 硝酸(ρ 1.42 g/mL)与 62 mL 冰乙酸(ρ 1.05 g/mL)混匀。

4.10 铜中氧标准物质。

4.11 石墨套坩埚：采用高纯或光谱纯石墨加工而成。其形状与尺寸参看图 1。

允许使用能使氧完全析出的其他形状和尺寸的坩埚，加热条件另选。

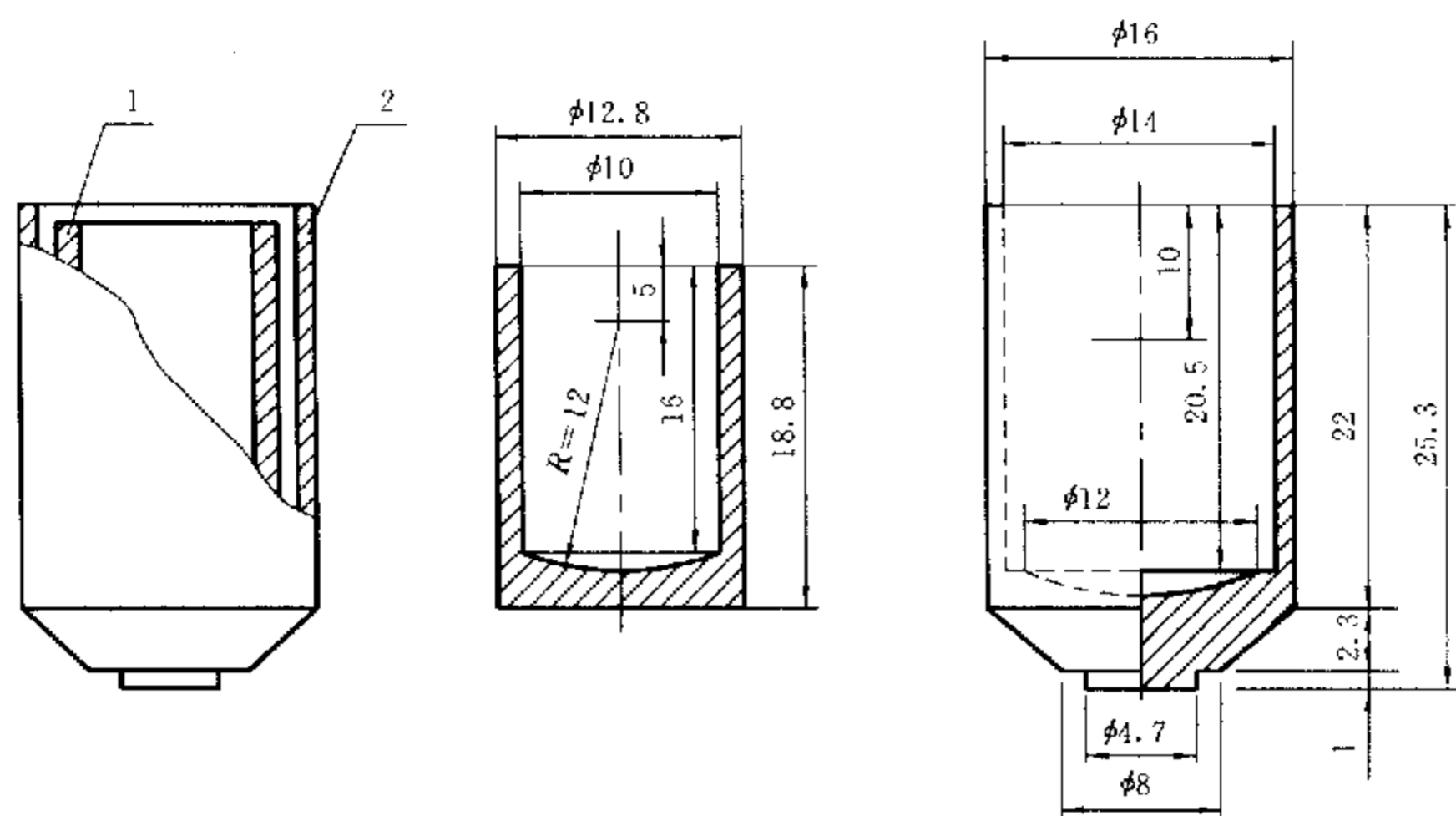


图1 石墨套坩埚示意图

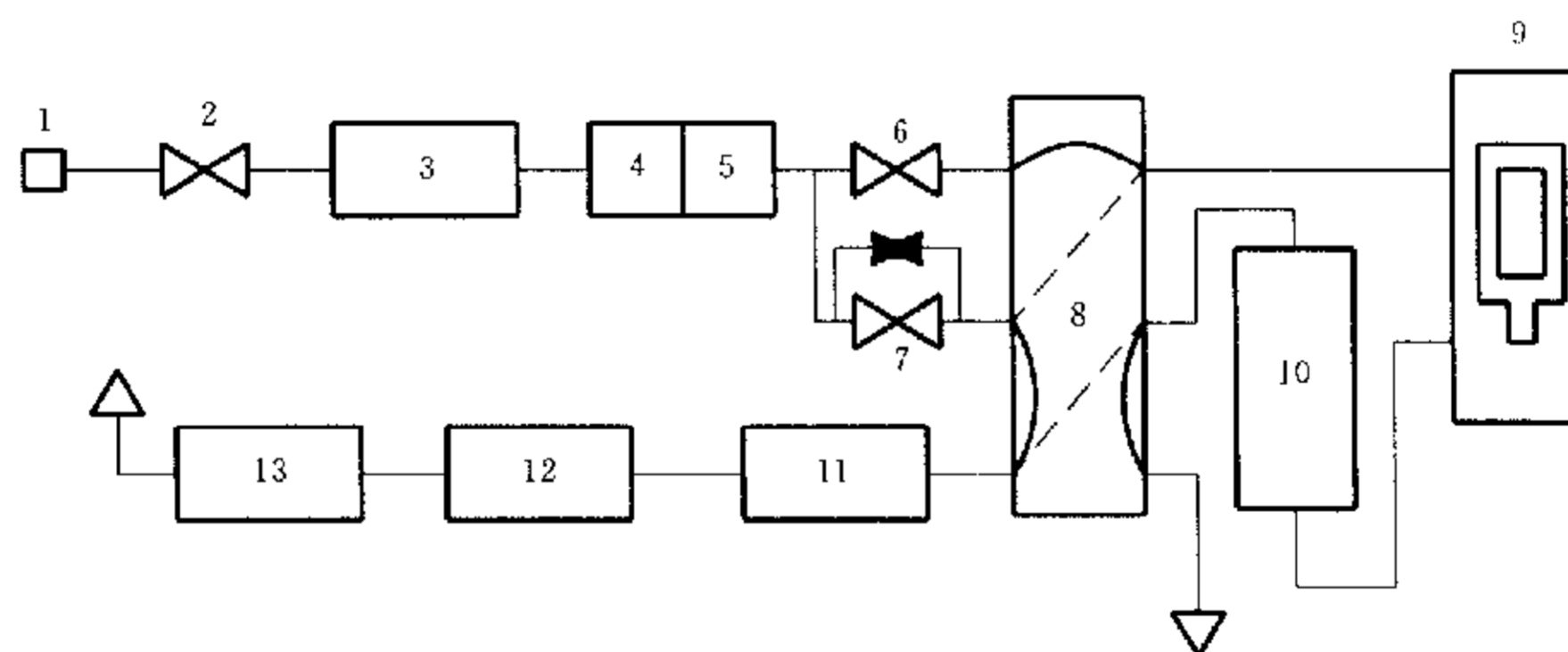
5 仪器

5.1 仪器性能

脉冲加热红外线吸收仪(附电子交流稳压器)。仪器应达到下列指标:

- 5.1.1 仪器灵敏度 $\leq 0.000\ 05\%$ 。
- 5.1.2 脉冲加热功率不小于 6.5 kW(炉温不低于 2 400℃)。
- 5.1.3 系统空白 $\leq 0.000\ 05\%$ 。

5.2 仪器示意图见图 2。



1—氮(或氩)气; 2—电磁阀; 3—催化加热炉; 4—碱石棉; 5—高氯酸镁;
6—电磁阀; 7—稳压阀; 8—六通阀; 9—脉冲加热炉; 10—玻璃棉; 11—稀
土氧化铜; 12—流量控制器; 13—CO₂(或CO)红外检测器

图2 仪器示意图

6 试样

- 6.1 试样车制成 $\phi 3\text{ mm} \sim \phi 5\text{ mm}$ 、长度大于 40 mm 的圆棒或其他小块样品。加工时不可过热以防氧化。
- 6.2 用专用钢锉和手锯加工成所需的试样量。
- 6.3 将试样置于混合酸中腐蚀 10 min,取出后迅速用蒸馏水洗净,再以无水乙醇洗涤,于冷风吹干后立即分析。
- 6.4 如发现试样氧化应按 6.3 条重复处理。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.30~1.00 g 试料,精确至 0.001 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

7.2 仪器的准备

7.2.1 按仪器说明书要求准备并校正好仪器,分析前仪器应处于正常状态。

7.2.2 分析前应用铜中氧的标准物质进行标定,确定校正系数,所用氧标准物质应与被测试样的氧含量相近,也可以控制试料量使其氧标准物质氧含量绝对值与被测试料氧含量绝对值相近。

7.3 空白试验

按 7.4.2 条规定的条件进行空白试验。

7.4 测定

7.4.1 将试料装入加样器内,用专用金属刷清扫脉冲炉膛,装入新坩埚,以下按仪器操作规程进行。

7.4.2 仪器分析条件(推荐)

- a) 脱气功率 5 500 W(或 1 100 A);
- b) 分析功率 4 500 W(或 1 000 A);
- c) 分析时间 30 s。

8 分析结果的表述

氧含量(%)由计算机自动算出。

所得结果表示至两位小数;若氧含量小于 0.10%时表示至 3 位小数;小于 0.010%时,表示至 4 位小数;小于 0.001 0%时表示至 5 位小数。

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

%

氧 含 量	允 许 差
0.000 30~0.000 50	0.000 20
>0.000 50~0.001 0	0.000 30
>0.001 0~0.005 0	0.000 5
>0.005 0~0.010	0.001 0
>0.010~0.040	0.002
>0.040~0.080	0.004
>0.080~0.11	0.008