

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 539.13—2009
代替 YS/T 539.13—2006

镍基合金粉化学分析方法 第 13 部分：氧量的测定 脉冲加热情气熔融-红外线吸收法

Methods for chemical analysis of nickel base alloy powder—
Part 13: Determination of oxygen content—
The pulse heating inert gas fusion-infrared absorption method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 539《镍基合金粉化学分析方法》共分为如下 13 个部分：

- 第 1 部分：硼量的测定 中和滴定法；
- 第 2 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 3 部分：硅量的测定 高氯酸脱水称量法；
- 第 4 部分：铬量的测定 过硫酸铵氧化滴定法；
- 第 5 部分：锰量的测定 高碘酸钠(钾)氧化分光光度法；
- 第 6 部分：铁量的测定 三氯化钛-重铬酸钾滴定法；
- 第 7 部分：钴量的测定 亚硝基 R 盐分光光度法；
- 第 8 部分：铜量的测定 新亚铜灵-三氯甲烷萃取分光光度法；
- 第 9 部分：铜量的测定 硫代硫酸钠碘量法；
- 第 10 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 11 部分：钨量的测定 辛可宁称量法；
- 第 12 部分：磷量的测定 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法；
- 第 13 部分：氧量的测定 脉冲加热惰性气熔融-红外线吸收法。

本部分是 YS/T 539 的第 13 部分。

本部分代替 YS/T 539.13—2006《镍基合金粉化学分析方法 脉冲加热惰性气体熔融库仑滴定法测定氧量》。

本部分与 YS/T 539.13—2006 相比较主要变化如下：

- 将库仑滴定法改为红外线吸收法；
- 增加了前言；
- 补充了重复性限。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分起草单位：北京有色金属研究总院、钢铁研究总院。

本部分主要起草人：周海收、王洪斌、宋晓力。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 8638.13—1988；
- YS/T 539.13—2006。

镍基合金粉化学分析方法

第 13 部分:氧量的测定

脉冲加热惰气熔融-红外线吸收法

1 范围

YS/T 539 的本部分规定了镍基合金粉中氧含量的测定方法。

本部分适用于镍基合金粉中氧含量的测定,测定范围:0.005%~0.2%。

2 方法提要

在惰性气氛下,石墨坩埚中的试料经脉冲加热熔融,试料中的氧以一氧化碳的形式析出,析出的 CO 在惰性气体的载带下,经氧化铜将生成的一氧化碳氧化成二氧化碳,进入红外检测器中测定氧含量。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 金属箔:镍箔($w_{Ni} \geq 99.9\%$)或锡囊($w_{Sn} \geq 99.9\%$),氧含量($w_o \leq 0.005\%$);镍箔在使用前应用脱脂棉沾四氯化碳擦洗,剪成大小相等、尺寸相当的小块,晾干,待用。

3.2 四氯化碳。

3.3 氦气(体积分数 $\geq 99.99\%$)。

3.4 石墨坩埚:光谱纯石墨套坩埚。

3.5 标样:在氧质量分数为 0.005%~0.20%之间选择适合的钢铁标样。

3.6 过氯酸镁和碱石棉(化学纯)。

4 仪器

脉冲加热红外分析仪:

——脉冲炉:温度大于 2 000 ℃;

——检测器灵敏度:0.01 $\mu\text{g/g}$ 。

5 分析步骤

5.1 试料

当试样中氧含量 $w_o \leq 0.02\%$ 时,称取试样 0.15 g~0.25 g,精确至 0.001 g;当试样中氧含量 $w_o > 0.02\%$ 时,称取试样 0.10 g~0.20 g,精确至 0.001 g。试料用 1.0 g(精确至 0.001 g)金属箔(3.1)包裹。

5.2 测定次数

独立的进行两次测定,取其平均值。

5.3 开机预热

按仪器说明书的要求,开启仪器,预热并进行系统检查。

5.4 校正空白

5.4.1 打开脉冲炉,将坩埚(3.4)置于下电极,将 1.0 g(精确至 0.000 1 g)金属箔(3.1),置于装样器内。