**镍铂靶材合金化学分析方法**

**第3部分：碳含量的测定**

**高频红外检测法**

**实验报告**

**2022年8月**

1. **镍铂靶材合金化学分析方法**
2. **第3部分：碳含量的测定**
3. **高频红外检测法**

**1 前言**

镍铂靶材合金的传统制备方法是粉末冶金法，将高纯Ni粉与Pt粉烧结成合金块体再进行后续加工，此方法相比较于熔炼法可使镍铂合金获得更好的可加工性，但致密度难以满足要求并且制备过程中易混入杂质，尤其是气体杂质混入将引起溅射过程中异常放电现象。目前通常使用真空熔炼法来制备镍铂靶材合金，为了获得杂质含量低（尤其气体成分）、高致密且成分均匀的合金锭，需要一次或多次精炼。碳含量是用户规定必测气体元素，因此碳分析结果的准确和分析方法的标准化是确保产品质量的必要条件之一

本方法采用高频燃烧红外吸收法测定，试料于通有氧气气流的碳硫仪高频感应炉中加热燃烧，碳与氧生成CO2，进入红外检测池测定CO2吸收峰，计算机换算出碳的质量分数，快速有效分析镍铂靶材合金中碳含量，方法测定范围：0.001%～0,1%,加标回收率在95.43%～105.79%。

**2 方法原理**

试料于高频感应炉的氧气气流中加热燃烧，碳与氧生成CO2，进入红外检测池测定CO2吸收峰，计算机自动换算出碳的质量分数。

3 试剂及材料

3.1 纯铁助熔剂：wFe≥99.95%, wC≤0.0005%，力度≤1.25mm。

3.2 钨锡助溶剂：wC≤0.0005%，粒度≤1.4mm。

3.3 标准物质（或标准样品）：与待测试料碳含量相近的物质。

3.4 高纯氧气（w(Ar)≥99.995%）。

3.5 高氯酸镁：无水，粒状或片状。

3.6 烧碱石棉：粒状。

3.7 石英棉。

3.8 三氧化硫吸收剂:脱脂棉。

3.9丙酮（分析纯）。

3.10陶瓷坩埚：直径为Ф25mm\*Ф25mm，高温灼烧至空白值恒定，冷却后保存在干燥器中备用。

4 仪器及设备

4.1高频感应-红外吸收测定碳仪：包括高频感应炉，、进气净化试剂管、检测气催化剂加热器、三氧化硫吸收管、红外检测器，计算机程序控制。

碳检出限为0.1ppm，仪器1h内稳定性（RSD）小于2.0％。

4.2电子天平：感量0.1mg，与计算机连接。

5 试样

试样（钻屑或薄片）加工成碎屑，用丙酮去除油污，用水洗净、烘干、混匀。

6 分析步骤

6.1仪器预热

仪器分析前要充分预热，按仪器使用说明书调试检查仪器，使仪器处于正常稳定状态。

6.2 仪器检漏

利用仪器检漏程序或其他辅助设备确定仪器无漏气现象。

6.3 空白试验

依次称取0.50g纯铁助溶剂（3.1）和1.00g钨锡助溶剂（3.2）置于坩埚（3.10）内，钳取坩埚置于炉台座上，按仪器说明书操作，开始分析并读取结果，重复测定至空白值稳定。

6.4 仪器校准

称取与待测试料含碳量相近的同类型标准物质（3.3）至少三份，置于预先盛有0.50g纯铁助溶剂（3.1）坩埚（3.10）内，覆盖1.00g～1.20g钨锡助溶剂（3.2），钳取坩埚置于炉台座上，按仪器说明书操作，依次进行分析，测得结果的波动应在允许误差范围内，作单点曲线校正后，再称取一个标准样品（3.3）分析，以确认系统处于正常稳定状态。

6.5 试样分析

6.5.1试料

称取0.2g试样，精确至0.0001g。

6.5.2 平行试验

平行做两份试验。

6.5.3试料测定

将称取的试料置于预先盛有0.50g纯铁助溶剂（3.1）坩埚（3.10）内，覆盖1.00g钨锡助溶剂（3.2），钳取坩埚置于炉台座上，开始分析并读取结果。

所得结果保留两位有效数字。

**7 结果与讨论**

**7.1 称样量试验**

分别称取试样0.10g、0.15g、0.20g、0.30g，按（6.5）分析步骤分析，测定碳含量，结果如表1:

**表1：样品称样量的选择试验**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 称样量级 | 称样量（g） | C（%） |
| 0.10 | 0.1004 | 0.0027 |
| 0.1003 | 0.0016 |
| 0.1001 | 0.00070 |
| 0.15 | 0.1497 | 0.0013 |
| 0.1501 | 0.0011 |
| 0.1503 | 0.0010 |
| 0.20 | 0.2004 | 0.0012 |
| 0.2004 | 0.0011 |
| 0.2006 | 0.0011 |
| 0.30 | 0.3006 | 0.0010 |
| 0.3003 | 0.0010 |
| 0.3001 | 0.0012 |

试验结果表明，称样量在0.10g时因称样量较小测定误差较大，称样量增加时测试结果逐渐稳定，在0.2g～0.3g时测试结果稳定，试验结果表明称样量在0.2g时可满足分析测定要求。

**7.2 助熔剂量试验**

分别在样品中加入不同含量的纯铁、钨锡助熔剂，按分析步骤（6.5）进行测试，测试结果如表2

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 助熔剂 | 称样量/g | 碳测定值/% | 熔融情况 |
| 不如助熔剂 | 0.1961 | － | 样品未熔融 |
| 0.5g纯铁 | 0.1961 | － | 坩埚内熔融物表面粗糙 |
| 1.0g钨锡 | 0.1987 | 0.00065 | 坩埚内熔融物表面粗糙,有未熔融完样品 |
| 0.5g纯铁+0.5g钨锡 | 0.2004 | 0.00030 | 坩埚内熔融物表面粗糙，助熔剂未完全覆盖样品 |
| 0.5g纯铁+1.0g钨锡 | 0.2004 | 0.0011 | 坩埚内熔融物表面平滑光洁，熔融物完全覆盖坩埚底部。 |

**表2 助熔剂选择试验**

表2试验表明，试样在不加助熔剂或至加入纯铁助熔剂时，样品中的碳无法释放，在加入1.0g钨锡助熔剂或0.5g纯铁与0.5g钨锡混合助熔剂时，试验中的碳可释放出，但熔融后坩埚内表面粗糙，碳含量结果偏低，在加入0.5g纯铁+1.0g钨锡混合助熔剂后，坩埚内熔融物表面平滑光洁，熔融物完全覆盖坩埚底部。考虑到钨锡助熔剂过多时会产生大量烟尘，对仪器可能有影响，本标准使用0.5g纯铁+1.0g钨锡混合助熔剂。

**7.3 铂基体干扰试验**

按照（6.5）分析步骤，称取不同含量的铂对碳含量进行测定，试验结果列于表3

**表3 铂基体干扰试验**

|  |  |
| --- | --- |
| 称样量/g | 碳测定值/% |
| 0.0494 | 0.00066 |
| 0.1001 | 0.00065 |
| 0.1506 | 0.00024 |

本方式适用于中牌号的镍铂靶材合金试样，通过测定不同称样量的铂来确定铂集体是否对碳的测定存在干扰，表3试验表明，本方法对铂含量对碳的测定无干扰，可适用于不同牌号的镍铂靶材合金试样。

**7.4 方法检出限和测定限**

按照（6.3）分析步骤，连续测定7次空白以3倍标准偏差计算检出限，以10倍标准偏差计算测定下限。试验见过列于表3：

**表4 检出限和测定限**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 空白测定值/% | | | | | | | 平均值/% | 标准偏差/% | 检出限/% | 测定下限/% |
| 0.0001156 | 0.0002299 | 0.0001356 | 0.0001324 | 0.0002029 | 0.0002244 | 0.0000502 | 0.0001559 | 0.000066 | 0.000198 | 0.00066 |

**7.5 精密度试验**

按照（6.5）分析步骤，分别在样品中加入不同含量钢标样进行11次独立试验，

1号：在NiPt试样中加入10ug的碳（根据加入碳标样计算）此时，测定值减去样品本底值，碳量为0.0050%

2号：在NiPt试样中加入40ug的碳（根据加入碳标样计算）此时，测定值减去样品本底值，碳量为0.020%

3号：在NiPt试样中加入200ug的碳（根据加入碳标样计算）此时，测定值减去样品本底值，含碳量为0.10%

试验结果列于表4

**表5 精密度试验**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 测定值/% | | | | | | 平均值/% | 标准偏差 | 相对标准偏差/% |
| 1 | 0.0054 | 0.0054 | 0.0051 | 0.0051 | 0.0051 | 0.0049 | 0.0052 | 0.00021 | 3.96 |
| 0.0054 | 0.0049 | 0.0053 |  |  |  |
| 2 | 0.022 | 0.020 | 0.020 | 0.021 | 0.021 | 0.021 | 0.021 | 0.00060 | 2.88 |
| 0.021 | 0.021 | 0.021 |  |  |  |
| 3 | 0.10 | 0.096 | 0.099 | 0.10 | 0.10 | 0.098 | 0.099 | 0.00141 | 1.43 |
| 0.098 | 0.10 | 0.10 |  |  |  |

通过对3个不同碳含量的试样分别进行11次试验，相对标准偏差分别为：3.96%、2.88%、1.43%。

**7.6 回收率试验**

按照（6.5）分析步骤，分别在样品中加入不同含量钢标样进行回收率试验，试验结果列于表5

**表6 回收率试验**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 加标级别/% | 镍铂试样 | | | 钢标样 | | | 测定值/mg | 回收率/% |
| 样品碳含量/% | 称样量/g | 样品含碳量/mg | 标物碳含量/% | 加入标物量/g | 加入碳量/mg |
| 0.001% | 0.00114 | 0.2013 | 0.002295 | 0.0051 | 0.0391 | 0.001994 | 0.004404 | 105.79 |
| 0.00114 | 0.2021 | 0.002303 | 0.0051 | 0.0392 | 0.001999 | 0.004212 | 95.43 |
| 0.020% | 0.00114 | 0.2008 | 0.002289 | 0.067 | 0.0597 | 0.039999 | 0.04317 | 102.21 |
| 0.00114 | 0.1995 | 0.002274 | 0.067 | 0.0597 | 0.039999 | 0.04329 | 102.55 |
| 0.10% | 0.00114 | 0.2003 | 0.002283 | 0.99 | 0.0202 | 0.19998 | 0.2033 | 100.52 |
| 0.00114 | 0.2003 | 0.002283 | 0.99 | 0.0201 | 0.19899 | 0.1987 | 98.69 |

从表5计算出，加标回收率在95.43%～105.79%之间

**8 结论**

本方法采用高频燃烧红外吸收法测定，试料于碳硫仪中高频感应炉的氧气气流中加热燃烧，碳与氧生成CO2，进入红外检测池测定CO2吸收峰，计算机换算出碳的质量分数，快速有效分析镍铂靶材合金中碳含量的测定，方法测定范围：0.001%～0,1%,加标回收率在95.43%～111.89%之间，法准确、快速、简便。用于实际样品分析，结果满意。