



中华人民共和国国家标准

GB/T xxxx.2—202×

钛中间合金化学分析方法 第2部分：碳、硫含量的测定 高频燃烧红外法

Methods for chemical analysis of master alloys used in titanium—
Part 2: Determination of carbon sulfur contents —
High frequency combustion infrared absorption method

(预审稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

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 GB/T XXXX《钛合金用中间合金化学分析方法》的第2部分。

——第1部分：氧氮氢含量的测定惰性气体熔融-红外吸收法/热导法；

——第2部分：碳、硫含量的测定 高频燃烧-红外吸收法；

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。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口

本部分起草单位：西安汉唐分析检测有限公司、XX 等

本部分主要起草人：

引 言

钛中间合金是生产高性能钛合金的重要中间合金，其作用包括改善合金化条件、提高合金成分均匀度、克服偏析和不熔（难熔）金属夹杂以及减少金属烧损率。随着航空航天用等高端钛合金的发展，对钛中间合金的主元素波动范围和杂质元素上限含量都提出了更为严苛的要求。GB/T XXXX 旨在通过实验研究建立一套完整且切实可行的钛中间合金化学分析方法标准，拟由两部分组成。

——第 1 部分：氧氮氢含量的测定惰性气体熔融-红外吸收法/热导法；

——第 2 部分：碳、硫含量的测定 高频燃烧-红外吸收法；

本文件完善了钛中间合金的生产产业链，对提升钛中间合金在钛合金生产过程中的应用水平提供了有力支撑。

钛中间合金化学分析方法

第2部分：碳、硫含量的测定

高频燃烧红外吸收法

1 范围

本文件规定了钒铝、钼铝等钛中间合金中碳、硫量的测定方法。

本文件适用于钒铝、钼铝等钛中间合金中碳、硫量的测定。碳测定范围：0.003%~2.0%，硫测定范围：0.005%~0.020%。

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

在氧气气氛中，试样中的碳和硫在高频感应炉内被氧化为二氧化碳和二氧化硫，混合气体随载气进入红外检测器，检测器输出信号，计算系统根据样品质量计算碳含量、硫含量，结果以质量分数显示。

5 试剂或材料

5.1 载气：氧气（体积分数不小于99.5%）。

5.2 动力气：氮气（满足仪器厂家推荐压力）或无油压缩空气。

5.3 纯铁助熔剂： $\omega_{\text{C}} \leq 0.0008\%$ ， $\omega_{\text{S}} \leq 0.0005\%$ 。

5.4 纯钨助熔剂： $\omega_{\text{C}} \leq 0.0008\%$ ， $\omega_{\text{S}} \leq 0.0005\%$ 。

5.5 纯锡助熔剂： $\omega_{\text{C}} \leq 0.0008\%$ ， $\omega_{\text{S}} \leq 0.0005\%$ 。

5.6 钨锡助熔剂： $\omega_{\text{C}} \leq 0.0008\%$ ， $\omega_{\text{S}} \leq 0.0005\%$ 。

5.7 坩埚和坩埚盖（坩埚盖可根据实验室情况选择是否使用）：使用前在马弗炉中于700℃~800℃灼烧不少于2 h，或900℃~1000℃灼烧不少于1 h，灼烧后的坩埚和坩埚盖冷却到常温后放入干燥器中备用。

5.8 标准物质/样品：选择与试料成分，碳、硫含量相近的标准物质/样品或其他适用标准物质/样品。

6 仪器设备

7 样品

样品表面应保持洁净。

8 试验步骤

8.1 仪器预热

按要求开启电、气等外围辅助设施，仪器预热至各项参数达到设备厂商要求。

8.2 空白试验

空白值包括坩埚、助熔剂、坩埚盖（选用时）的空白。将助熔剂[推荐0.5 g铁助熔剂（5.1），0.1 g锡助熔剂（5.2）和1.2 g钨助熔剂（5.3）]放入坩埚中，盖上坩埚盖（选用时），平行测定三次至五次，仪器显示的碳、硫连续三次空白值的极差均不应超过0.0010 %。取平均值，然后进行空白补偿。

8.3 仪器校准

平行测定标准物质/样品（5.7）3次～5次，计算结果的平均值，进行仪器校准。平均值应与标准值相符，单个测定值不应超出标准物质/标准样品（5.3）证书给定的不确定度范围。

8.4 试料

称取 0.30 g～0.60 g 样品（7），精确至 0.0001 g。

8.5 测定

将试料（8.4）放入坩埚（5.6）中，加入与空白试验相同量的助熔剂。将装有助熔剂和试料的坩埚置于坩埚支座上，进行分析，仪器根据所输入的称样量自动计算，直接显示试料中的碳、硫含量。结果保留至小数点后第三位。数值修约按 GB/T 8170 执行。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 1、表 2 给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）情况不超过 5%，重复性限（r）按表 1、表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1 碳重复性限

$w_C/\%$				
$r/\%$				

表 2 硫重复性限

$w_S/\%$				
$r/\%$				

9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 3、表 4 给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）情况不超过 5%，再现性限（ R ）按表 3、表 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4 硫再现性限

$w_S/\%$				
$R/\%$				

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；
- 结果；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A
(资料性)
精密度试验原始数据

精密度数据由 X 家实验室对碳硫含量的 Y 个不同水平样品进行共同试验确定。每个实验室对每个水平的碳硫含量在重复性条件下独立测定 11 次。测定的原始数据见表 A.1，A.2。

表 A.1 碳精密度试验原始数据

实验室	水平数	n						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1							
	2							
	3							
	4							
2	1							
	2							
	3							
	4							
3	1							
	2							
	3							
	4							
4	1							
	2							
	3							
5	1							
	2							
	3							
	4							
6	1							
	2							
	3							
	4							

表 A.2 硫精密度试验原始数据

实验室	水平数	n
-----	-----	---

		1	2	3	4	5	6	7
1	1							
	2							
	3							
	4							
2	1							
	2							
	3							
	4							
3	1							
	2							
	3							
	4							
4	1							
	2							
	3							
5	1							
	2							
	3							
	4							
6	1							
	2							
	3							
	4							
