

钨及钨合金板表面碳含量测定方法

编

制

说

明

(讨论稿)

《钨及钨合金板表面碳含量测定方法》编制组

2022年3月

钨及钨合金板表面碳含量测定方法

编制说明

一、 工作简况

1.1 任务来源

根据《关于印发 2020 年第三批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》【工信厅科函〔2020〕263 号】，由西安汉唐分析检测有限公司负责起草《钨及钨合金板表面碳含量测定方法》行业标准。项目计划编号为 2020-1558T-YS，项目周期为 24 个月，计划完成年限为 2022 年，归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

1.2 主要参加单位和工作成员及其所做的工作

本文件起草单位：西安汉唐分析检测有限公司、西安瑞福莱钨钼有限公司、宝钛集团有限公司、国核锆铪理化检测有限公司。

本文件主要起草人：。

西安汉唐分析检测有限公司作为标准起草负责单位，在工作前期，对钨及钨合金板的检测需求和现阶段国内外检测方法现状进行了充分的调研和梳理，并制定了系统的研究方案。在标准制定过程中，完成了试验样品的搜集和分发；完成了分析方法的研究工作；撰写了标准文件、研究报告和编制说明；完成了数据分析统计工作；广泛征求了国内同行试验室及相关企业的意见。

西安瑞福莱钨钼有限公司为第一验证单位，在标准制定过程中对标准文件和研究报告中的各项试验参数进行了验证。同时，提供了试验样品的精密度数据，对标准文件、研究报告和编制说明提出了相应的修改建议。宝钛集团有限公司、国核锆铪理化检测有限公司为第二验证单位，在标准制定过程中对试验样品进行了测试，提供了精密度数据，并对标准文件提出了修改建议。

1.3 主要工作过程

西安汉唐分析检测有限公司在接到标准制订任务后，成立了标准编制组，并召开了标准项目编制启动会议，对标准编写工作进行了部署和分工，主要工作过程经历了以下几个阶段。

1.3.1 起草阶段

(1) 2021 年 4 月，接到【工信厅科函〔2020〕263 号】文件通知。

(2) 2021 年 4 月，在贵阳有色金属标准工作会议上，形成《钨及钨合金板表面碳含量测定方法》标准任务落实会会议纪要，确定了由西安瑞福莱钨钼有限公司为第一验证单位，宝钛集团有限公司、国核锆铪理化检测有限公司为第二验证单位。

(3) 2021 年 5 月，组建《钨及钨合金板表面碳含量测定方法》起草小组：撰写开题报告，落实课题组长及课题成员的任务，确定标准编审原则。

(4) 2022 年 1 月，完成相应分析方法样品的收集和相关研究工作，形成讨论稿、研究报告、征求意见表等，交西安瑞福莱钨钼有限公司、宝钛集团有限公司、国核锆铪理化检测有限公司，并连同验证样品一起分别寄往各验证单位。

(5) 2022 年 3 月，陆续收到各验证单位的研究报告及反馈意见，对参与验证单位的意见和建议进行汇总处理，对讨论稿进行修改，完善试验报告，撰写编制说明。

二、 标准化文件编制原则

- 2.1 符合性: 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》、GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分: 试验方法标准》、GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度》的要求进行了编写。
- 2.2 合理性: 反映当前国内各生产企业的技术水平, 宜于应用, 经济上合理, 兼顾现有资源的合理配置。
- 2.3 先进性: 本文件涉及的内容, 技术水平不低于当前国内先进水平。

三、 标准主要内容的确定依据

本文件为首次制定, 是在充分调研了生产实际水平后完成的。起草单位和第一验证单位就标准物质的选择、加热温度、比较器水平、检出限和检测下限进行了研究。

3.1 标准物质的选择

标准物质的选择对检测结果的准确度有很大影响, 首先, 设备性能的稳定性需要由标准物质的精密度加以判定, 而标准物质的准确度又影响试料的检测结果。但目前市场上的钨及钨合金表面碳标准物质相对比较稀缺, 本实验采用力可公司的合成碳标样 502-029 进行设备校准。

3.2 加热温度的选择

加热温度对表面碳的释放至关重要, 实验分别选择 200 °C、400 °C、600 °C和 800 °C为加热温度, 测定钨及钨合金板表面碳含量。测试完毕后的样品如图 1 所示, 当加热温度为 200 °C和 400 °C时, 样品表面仍呈现金属银色; 当加热温度为 600°C 和 800°C 时, 样品表面呈蓝黑色。

实验检测结果如表 1 所示。由表中数据可见, 当加热温度为 200 °C~400 °C时, 表面碳含量的测定结果较低; 当加热温度为 600 °C~800 °C时, 表面碳含量的测定结果较高且一致, 表明其释放完全。最终选择试验温度为 600 °C。

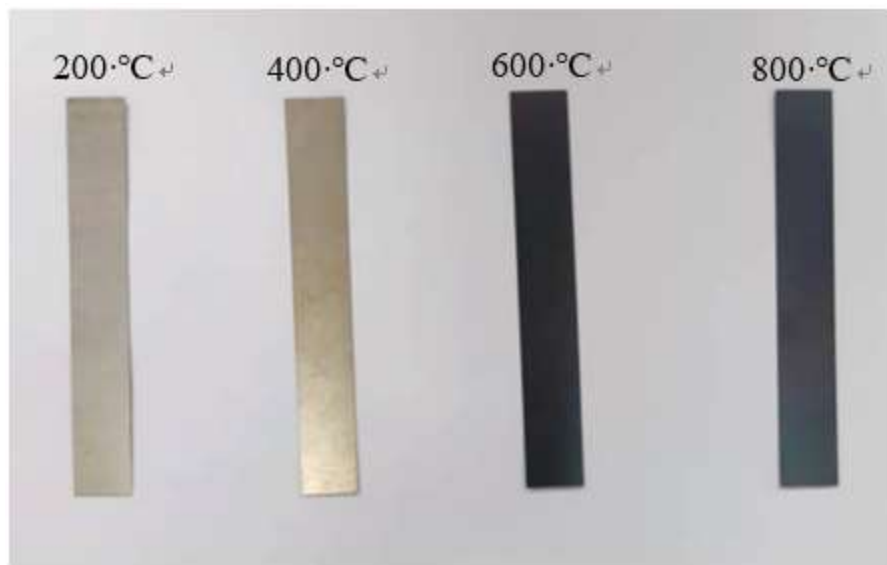


图 1 不同温度测试后的照片

表 1 温度实验结果

加热温度 °C	表面碳含量 mg/dm ²			平均值 mg/dm ²
200	0.0086	0.0054	0.0079	0.0073
400	0.0191	0.0215	0.0299	0.0235
600	0.0371	0.0324	0.0363	0.0353
800	0.0324	0.0388	0.0279	0.0330

3.3 比较器水平和分析时间的选择

每次检测时间的长短由最短分析时间和比较水平决定。在达到最短分析时间、检测器的输出信号在经过峰值后降至比较水平时分析停止，较高的比较水平可以缩短分析时间，较低的比较水平会延长分析时间和增加积分信号。在本实验条件下，当比较水平设定为 1 时，能在合理的时间内把全部有效的输出值收集，达到最佳分析。

最短分析时间不能过长，否则会增加无用检测，也会使由检测重复性引起的误差增大；另一方面，最短分析时间不能过短，若分析时间过短，有用的检测信号输出会被排除在积分之外，使测量结果偏低，图 2 为该实验的样品表面碳释放曲线图，由图 2 可知，当积分时间确定为 90 s，可以保证样品表面碳的完全释放。

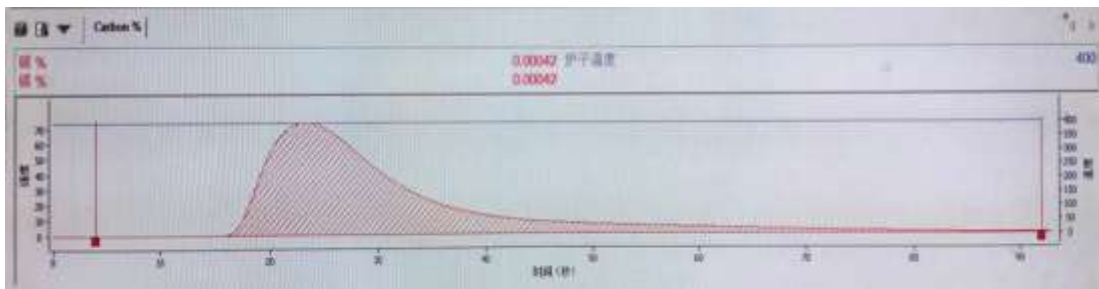


图 2 表面碳释放曲线

3.4 空白实验及方法的检出限

碳的空白值主要来源于氧气。故实验采用高纯氧气。按照实验方法连续测定 7 次空白，结果见表 2。得到的空白平均值为 0.0000057%，标准偏差为 0.00000787%，空白值低且稳定。以其测定结果的 3 倍标准偏差计算方法检出限为 0.000024%，以其测定结果的 10 倍标准偏差计算方法检测下限为 0.000079%。

表 2 检出限及定量限

测定值 %	平均值 %	标准偏差 %	检出限 %	检测下限 %
0.00001, 0.00000, 0.00001, 0.00002, 0.00000, 0.00000, 0.00000	0.0000057	0.00000787	0.000024	0.000079

3.5 精密度试验

按照试验方法和选定条件，分别对钨合金板样品 1 和样品 2 平行进行 7 次测定，进行精密度试验，具体测定结果见表 3。

表 3 精密度实验

	样品 2	样品 1
1	0.0048	0.0380
2	0.0046	0.0370
3	0.0057	0.0416
4	0.0056	0.0324
5	0.0043	0.0363
6	0.0041	0.0323
7	0.0047	0.0397
平均值/mg/dm ²	0.0048	0.0368
SD/%	0.0006	0.0035
RSD/%	12.64	9.48

3.6 主要试验（或验证）的分析、综述报告

3.6.1 实验室间数据比对结果汇总

在完成相关条件试验后，各参编单位按照 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》中关于精密度的要求，对 2 个钨及钨合金板表面碳元素含量进行了平行测定，实验结果见表 8。在汇总数据后，西安汉唐分析检测有限公司按照 GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度》，对 10 家参编单位的试验验证数据进行统计计算，重复性限和再现性限分别见表 9 和表 10。

表 8 实验室间数据比对

试验单位		水平 1	水平 2
汉唐	平均值/%		
	RSD/%		
瑞福莱	平均值/%		
	RSD/%		
宝钛	平均值/%		
	RSD/%		
国核	平均值/%		
	RSD/%		

3.6.2 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 9 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 9 数据采用线

性内插法或外延法求得。

表 9 重复性限

w_C mg/dm ²	r mg/dm ²
0.005	
0.037	

9.2 允许差

实验室之间分析结果的相对偏差应不大于表 10 所列允许差。

表 10 允许差

w_C mg/dm ²	允许差 mg/dm ²
0.005~0.010	0.003
0.010~0.020	0.006
0.020~0.030	0.010
0.030~0.050	0.015

四、标准中涉及专利的情况

本文件不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益等情况

5.1 标准的必要性

我国钨及钨合金板的加工与消费日趋增加,其表面碳含量指标会影响材料的表面涂覆性能和部件的焊接性能。若碳含量偏高会导致涂层结合强度低,可焊性能差,从而影响器件的使用寿命,造成巨大的损失。本标准的制定可满足钨及钨合金板的加工与消费的需求。

5.2 标准的预期作用

标准充分考虑了我国钨及钨合金板生产企业和使用加工企业的生产工艺技术水平。根据实际需求进行了大量相关实验,最终形成了本标准文件。本标准操作简便、快速,分析结果准确、可靠,代表了我国在钨及钨合金板表面碳检测领域的最高水平。本标准颁布执行后,有利于生产采用统一的分析方法开展产品质量检验工作,有利于市场公平交易环境的形成,具有较大的社会效益。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

6.1 采用国际标准和国外先进标准的程度

经查,国外无相同类型的国际标准。

6.2 国际、国外同类标准水平的对比分析

经查，国外无相同类型的国际标准。

6.3 与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

无。

6.4 标准水平分析

本标准的建立提升了检测效率，有利于生产单位生产效率的提高，标准总体达到了国内先进水平。

七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本文件与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

本文件与现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

编制组严格按既定编制原则进行编写，本文件起草过程中未发生重大的分歧意见。

九、标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议该标准为行业标准，供相关组织参考采用。

十、贯彻标准的要求和措施建议

本文件规范了钨及钨合金板表面碳含量的测定，有利用整个行业分析水平的提升，为钨及钨合金板生产提供了质量保证。本文件发布执行后，建议标准主管单位积极向生产厂家及国内外用户推广。

十一、废止现行有关标准的建议

本文件为新制定文件，无废止其它标准的建议。

十二、其他应予说明的事项

无。

《钨及钨合金板表面碳含量测定方法》编写组
2022年3月