



# 中华人民共和国国家标准

GB/T XXXX.1—202X

## 高温形状记忆合金化学分析方法 第1部分：铂含量的测定 硫脲络合沉淀法

Methods for chemical analysis of high temperature shape memory alloys —  
Part 1: Determination of platinum content —  
Thiourea complex precipitation method  
(送审稿)

202X-xx-xx发布

202X-xx-xx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《高温形状记忆合金化学分析方法》的第1部分。GB/T XXXX已经发布了以下部分：

——第1部分：铂含量的测定 硫脲络合沉淀法；

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。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：国合通用测试评价认证股份公司、国标（北京）检验认证有限公司、有研亿金新材料有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、北矿检测技术有限公司、有研医疗器械（北京）有限公司、梦金园珠宝首饰有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、上海沙烁新材料有限公司。

本文件主要起草人：陈雄飞、张强、白晓艳、张芳、向磊、鲍叶琳、吴卓葵、左鸿毅、刘宇、冯昭伟、邵文英、唐莉福、李娜、刘朝方、李肖瑶、谭秀丽、杜浩、刘振江、施意华、袁志山、王芳。

## 引 言

镍钛形状记忆合金是一种具有良好形状记忆效应、超弹性和耐磨性的金属智能材料，被广泛应用于航空航天、生物医疗、机械电子、汽车石化及日常生活等领域。传统的镍钛合金（Ni 和 Ti 近等原子比）的相变温度范围是 $-100\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，无法满足在极端条件和特定环境中的应用。近些年来，通过在镍钛合金中添加铂、钽、锆或钨等元素制备而成的高温形状记忆合金，能够使传统镍钛合金的马氏体逆转变结束温度最高提高到 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上，是制备航空航天飞行器驱动件和紧固件、外科植入物显影丝及牙齿矫正丝的理想材料。由于高温形状记忆合金的理化性能与其化学组成，特别是与添加元素的含量有着十分密切的关系，加之添加元素多为稀有/稀贵金属，因此建立一套准确测定高温形状记忆合金中包括添加元素在内的化学成分含量的测试方法标准，对于合金的研发、生产和应用，以及废料回收利用具有十分重要的推动支撑作用。

本文件在充分考虑当前我国高温形状记忆合金生产、研发、应用和检测的实际技术水平的基础上，通过大量试验研究和验证，建立了高温形状记忆合金中铂含量测定的准确、统一的方法标准，填补了国内空白，对于把控产品质量，改进研发工艺，增加各机构检测数据之间的可靠性和可比性提供了重要的技术支撑，有助于推动高温形状记忆合金及其下游产品的应用推广。

# 高温形状记忆合金化学分析方法

## 第 1 部分：铂含量的测定

### 硫脲络合沉淀法

#### 1 范围

本文件规定了高温形状记忆合金中铂含量的测定方法。

本文件适用于高温形状记忆合金中铂含量的测定。测定范围：30.00%~70.00%。

#### 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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 方法原理

试料经盐酸、硝酸混合酸溶解。在硫酸介质中加入硫脲与Pt（IV）形成络合物，在浓硫酸高温加热条件下时，硫脲-Pt（IV）络合物生成硫化物沉淀。沉淀经过滤，在900℃高温炉中灼烧至恒重，计算得到铂的质量分数。

#### 5 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符合 GB/T 6682 要求的实验室三级水及以上纯度的水。

5.1 盐酸（ $\rho=1.19$  g/mL）。

5.2 硝酸（ $\rho=1.42$  g/mL）。

5.3 硫酸（1+1）。

5.4 硫酸（5+95）。

5.5 氯化钠溶液（100 g/L）：称取 100 g 氯化钠溶于 1000 mL 水中，混匀。

5.6 硫脲溶液（100 g/L）：称取 100 g 硫脲溶于 1000 mL 水中，混匀。

#### 6 仪器设备

6.1 瓷坩埚或石英坩埚，容积不小于 30 mL。

6.2 高温炉，最高工作温度不低于 900 °C。

## 7 样品

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的屑状。

## 8 试验步骤

### 8.1 试料

称取 0.20 g 样品 (7)，精确至 0.0001 g。

### 8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

### 8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 8.4 测定

8.4.1 将试料 (8.1) 置于 500 mL 烧杯中，加入 15 mL 盐酸 (5.1)、5 mL 硝酸 (5.2)，盖上表面皿，置于 160 °C~200 °C 电热板上加热至完全溶解，取下，稍冷。加入 20 mL 硫酸 (5.3)、0.5 mL 氯化钠溶液 (5.5)，盖上表面皿，继续加热至腾起白色浓雾，5 min 后取下，冷却至室温。

8.4.2 用少量水吹洗烧杯内壁及表面皿，加入 30 mL 硫酸 (5.3)、20 mL 硫脲 (5.6)，轻轻摇匀。将烧杯敞口置于电热板上加热至冒浓硫酸烟，当液面气泡近乎消失时，取下，冷却至室温。用温水吹洗烧杯内壁，继续加温水至溶液体积约为 100 mL，轻轻搅匀，盖上表面皿，置于电热板上加热煮沸，取下，冷却至室温。

8.4.3 用中速定量滤纸过滤，用温热硫酸 (5.4) 洗涤烧杯内壁，并洗涤沉淀 7 次以上。

8.4.4 将沉淀连同滤纸置于已恒重的瓷坩埚或石英坩埚 (6.1) 中，灰化，置于 900 °C 高温炉 (6.2) 内灼烧 2 h，取出，置于干燥器中冷却至室温，称量。反复灼烧至恒重。

## 9 试验数据处理

铂含量以铂的质量分数  $\omega_{Pt}$  计，按公式 (1) 计算：

$$\omega_{Pt} = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_1$ ——已恒重的瓷坩埚和灼烧后沉淀的质量，单位为克 (g)；

$m_2$ ——已恒重的瓷坩埚的质量，单位为克 (g)；

$m_3$ ——空白试验中已恒重的瓷坩埚和灼烧后沉淀的质量，单位为克 (g)；

$m_4$ ——空白试验中已恒重的瓷坩埚的质量，单位为克 (g)；

$m$ ——试料的质量，单位为克 (g)。

计算结果表示至小数点后两位。数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

## 10 精密度

### 10.1 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（ $r$ ）的情况不超过5%，重复性限（ $r$ ）按表1数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录A。

表 1 重复性限

$w_{Pt}/\%$	30.09	45.26	55.01	70.22
$r/\%$	0.78	0.79	0.68	0.73

## 10.2 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2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（ $R$ ）的情况不超过5%，再现性限（ $R$ ）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录A。。

表 2 再现性限

$w_{Pt}/\%$	30.09	45.26	55.01	70.22
$R/\%$	0.89	1.04	0.97	0.81

## 11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 分析结果及其表示；
- 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

精密度数据是由7家实验室对铂含量的4个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的铂含量在重复性条件下独立测定7次。测定的原始数据见表A.1。

表 A.1 精密度试验原始数据

实验室	水平数	测定次数 $n$						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1#	29.92	29.95	29.92	30.07	29.92	30.18	30.14
	2#	45.25	45.41	45.11	45.50	45.19	45.36	45.27
	3#	55.18	55.19	55.10	54.88	54.87	55.13	55.20
	4#	70.31	70.35	70.48	70.36	70.11	69.92	69.91
2	1#	29.96	29.85	30.14	29.98	30.04	29.82	29.81
	2#	44.94	44.86	45.00	44.99	45.12	45.14	44.97
	3#	54.95	54.71	55.06	55.05	54.81	55.14	54.85
	4#	70.05	70.01	70.13	69.88	69.81	70.07	70.14
3	1#	29.78	30.09	30.30	30.80	30.53	30.50	30.44
	2#	44.74	45.37	44.87	45.22	45.94	45.37	45.53
	3#	54.58	55.61	55.46	54.89	55.57	55.00	55.05
	4#	70.29	70.11	70.59	70.75	70.65	70.21	70.39
4	1#	30.59	29.97	29.75	30.08	30.19	30.06	29.54
	2#	44.72	45.08	44.85	44.87	44.72	45.12	45.03
	3#	54.66	54.68	54.49	54.39	54.69	54.76	54.79
	4#	69.84	70.39	70.03	69.84	70.19	69.83	70.13
5	1#	—	—	—	—	—	—	—
	2#	46.23	45.17	45.28	45.90	46.10	46.03	45.39
	3#	54.41	54.65	54.85	54.50	54.74	55.11	55.37
	4#	69.92	69.93	70.50	70.57	70.34	70.01	70.99
6	1#	29.84	30.97	30.18	30.00	30.01	30.49	30.58
	2#	44.90	45.82	45.08	45.12	44.99	45.47	45.45
	3#	55.23	55.78	55.39	55.26	55.31	55.52	55.58
	4#	70.81	69.85	70.20	70.12	70.50	69.98	70.02
7	1#	29.84	29.83	30.23	29.83	30.16	29.75	29.81
	2#	45.55	45.24	45.21	45.16	45.25	45.38	45.30
	3#	54.95	55.21	55.18	54.82	54.81	55.08	54.82
	4#	70.18	70.32	70.11	70.51	70.24	70.35	70.49