

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.2—202X

钨铼合金化学分析方法  
第2部分：钨含量的测定  
辛可宁重量法

Methods for chemical analysis of tungsten rhenium alloy —  
Part 2: Determination of tungsten content —  
Cinchonine gravimetric method

(送审稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 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》给出的规则起草。

本文件是YS/T XXXX《钨铼合金化学分析方法》的第2部分。YS/T XXXX已经发布了以下部分：

——第1部分：铼含量的测定 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第2部分：钨含量的测定 辛可宁重量法；

——第3部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

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和责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：国标（北京）检验认证有限公司、国合通用测试评价认证股份公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、北矿检测技术股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、大冶有色金属有限责任公司、湖北绿钨资源循环有限公司、中铼新材料有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司。

本文件主要起草人：李甜、陈雄飞、张宇鑫、郭飞、廖桂平、方迪、吕长宽、张永进、陈兰、冯浩、刘柳枝、任树贵、张力久、吕东芹、林韶阳、马学文、邱丽、孙海峰、栗生辰。

## 引 言

钨铼合金作为一种综合性能优异的钨基合金材料，广泛应用于航空航天、电子、冶金、石油化工等领域，是制造热电偶、电触点、电极、高温部件的关键原材料。目前国内外现行的相关产品标准GB/T 4184-2021《钨铼合金丝》、GB/T 29822-2013《钨铼热电偶丝及分度表》、SJ 20745-1999《高铼钨铼合金丝规范》、ASTM F73-1996(2017)《电子器件及灯泡用钨铼合金丝的标准规范》中规定了多种牌号的钨铼合金及其化学成分。然而，与上述产品标准相配套的化学分析方法标准还十分缺乏。因此，亟需建立一套针对钨铼合金关键化学成分的分析方法方法标准，以完善钨铼合金的标准体系，满足材料生产、应用和检测的迫切需求。

YS/T XXXX《钨铼合金化学分析方法》由三个部分构成。

- 第1部分：铼含量的测定 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第2部分：钨含量的测定 辛可宁重量法；
- 第3部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本文件目的在于规定钨铼合金中钨含量的测试方法及其精密度。钨作为钨铼合金中的基体成分，准确测定其含量对于研究材料的理化性能、改进制备工艺、把控产品质量、以及钨铼废料回收利用等具有十分重要的支撑作用。本文件是在充分调研当前国内外钨铼合金相关产品标准及检测需求的基础上进行制定的，测定范围完全覆盖了目前行业内生产和应用的钨铼合金品种，为钨含量的测定提供了统一、可靠的技术规范，同时体现了行业发展的最新水平，对于有效减少供应商和客户之间因分析差异造成的贸易纠纷、推动钨铼合金相关产业的创新发展具有重要的支撑作用。

# 钨铍合金化学分析方法

## 第2部分：钨含量的测定

### 辛可宁重量法

#### 1 范围

本文件规定了钨铍合金中钨含量的测定方法。

本文件适用于钨铍合金中钨含量的测定。测定范围（质量分数）：50.00%~98.00%。

#### 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

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

#### 3 术语和定义

GB/T 17433界定的术语和定义适用于本文件。

#### 4 原理

试料经氢氟酸和硝酸溶解后，用硼酸络合多余的氟离子，在酸性介质中，钨与辛可宁形成稳定沉淀，将沉淀滤出并灼烧至恒重，计算钨的质量分数。采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定滤液中残留的钨含量，对结果进行修正。

#### 5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，三级。

5.2 氢氟酸（ $\rho=1.14$  g/mL）。

5.3 硝酸（ $\rho=1.42$  g/mL）。

5.4 盐酸（ $\rho=1.19$  g/mL）。

5.5 硼酸饱和溶液：称取200 g硼酸于2000 mL烧杯中，加入约1000 mL温水，不断搅拌直至硼酸不再溶解，冷却，静置。使用时取上层饱和溶液。

5.6 辛可宁溶液（100 g/L）：称取10 g辛可宁，用盐酸（1+1）溶解，并用盐酸（1+1）稀释至100 mL。

5.7 辛可宁洗液（3 g/L）：移取30 mL辛可宁溶液（5.6），用水稀释至1000 mL。

5.8 钨标准贮存溶液：称取1.260 g预先经750 °C灼烧过的三氧化钨（ $\omega_{\text{W03}}\geq 99.95\%$ ），置于250 mL烧杯中，加入20 mL氢氧化钠溶液（200 g/L），微热至溶解完全，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中。此溶液1 mL含1 mg钨。或使用国内外市售的有证溶液标准物质/标准样品。

5.9 钨标准溶液：移取10.00 mL钨标准贮存溶液（5.8），置于100 mL塑料容量瓶中，加入6 mL硝酸（5.3），2 mL氢氟酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100  $\mu\text{g}$ 钨。或使用国内

外市售的有证溶液标准物质/标准样品。

5.10 滤纸浆。

5.11 坩埚：瓷坩埚或铂坩埚，容积不小于 30 mL。

5.12 氩气（体积分数不小于 99.99%）。

## 6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪，具备耐氢氟酸进样系统。仪器的光谱分辨率应小于 0.007 nm（200 nm 处）。钨的推荐分析谱线波长为 207.912 nm。

6.2 高温炉，工作温度不低于 800 °C。

## 7 样品

样品应加工成粉状或长度不大于 5 mm 的细丝。

## 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 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，用少量水润湿，加入 2 mL~3 mL 氢氟酸（5.2）和 3 mL 硝酸（5.3），盖上杯盖，置于电热板上加热至完全溶解，取下，冷却至室温。

8.4.2 用水冲洗烧杯盖及内壁，将溶液转移至预先盛有 30 mL 硼酸饱和溶液（5.5）的 400 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（5.4），加水至 150 mL，盖上表面皿，于电热板上加热至微沸 5 min，缓慢加入 5 mL 辛可宁溶液（5.6）和少量滤纸浆（5.10），充分搅拌后于 80 °C 左右保温约 4 h 或室温放置过夜。

8.4.3 用慢速定量滤纸过滤，用湿润的滤纸擦拭杯壁使沉淀完全转移，滤液收集于 500 mL 容量瓶中，用辛可宁洗液（5.7）洗涤沉淀 7 次以上，滤液及洗液用水稀释至刻度，混匀，待测。

8.4.4 将沉淀及滤纸置于已恒重的坩埚（5.11）中，在 300 °C~400 °C 下灰化，然后置于 750 °C~800 °C 的高温炉（6.2）内灼烧 1 h 取出，置于干燥器中冷却至室温，称量。反复灼烧至恒重。

8.4.5 在选定的仪器工作条件下，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪（6.1）上推荐的分析谱线处测量滤液（8.4.3）中钨的发射强度。从工作曲线上查得钨的质量浓度。

### 8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钨标准溶液（5.9）于一组 100 mL 塑料容量瓶中，加入 2 mL~3 mL 氢氟酸（5.2）和 3 mL 硝酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 在选定的仪器工作条件下，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪（6.1）上推荐的分析谱线处测量系列标准溶液（8.5.1）中钨的发射强度。以钨的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

## 9 试验数据处理

钨含量以钨的质量分数  $\omega$  计，按公式（1）计算：

$$\omega = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot k + \rho \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_1$ ——坩埚和灼烧后沉淀的质量，单位为克（g）；

$m_2$ ——盛灼烧后沉淀的空坩埚的质量，单位为克（g）；

$m_3$ ——坩埚和随同试料空白的质量，单位为克（g）；

$m_4$ ——随同试料空白的坩埚的质量，单位为克（g）；

$k$ ——三氧化钨换算为钨的换算系数，为 0.7930；

$\rho$ ——滤液中钨的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

$V$ ——滤液的体积，单位为毫升（mL）；

$m$ ——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，这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数据采用线性内插法求得。精密度实验原始数据参见附录A。

表 1 重复性限（ $r$ ）

$\omega/\%$	51.90	74.19	94.60	96.58
$r/\%$	0.27	0.34	0.38	0.45

### 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，这两个测试结果的绝对差值不大于再现性限（ $R$ ），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求得。精密度实验原始数据参见附录A。

表 2 再现性限（ $R$ ）

$\omega/\%$	51.90	74.19	94.60	96.58
$R/\%$	0.43	0.44	0.52	0.69

## 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

精密度数据是在 2023 年由 8 家实验室对钨含量的 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钨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。

表 A.1 精密度试验原始数据

实验室	水平数	$\omega/\%$										
		测定次数										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	96.47	96.42	96.36	96.79	96.26	96.73	96.62	96.55	96.62	96.38	96.40
	2	94.39	94.36	94.53	94.65	94.46	94.53	94.54	94.42	94.38	94.65	94.75
	3	74.29	74.12	74.35	74.14	74.24	74.04	74.11	74.08	74.15	74.25	74.18
	4	51.91	51.93	51.88	51.80	52.01	52.02	51.90	51.86	51.91	51.88	51.87
2	1	96.69	96.25	96.66	96.43	96.58	96.16	96.43	96.27	96.55	96.57	96.68
	2	94.42	94.50	94.29	94.61	94.35	94.68	94.61	94.54	94.31	94.28	94.35
	3	73.99	74.09	74.20	74.29	74.12	74.22	74.21	74.26	74.31	74.28	74.16
	4	51.99	52.04	51.88	51.92	51.97	51.91	51.86	52.03	51.89	51.80	51.85
3	1	96.18	96.33	96.09	96.44	96.50	96.22	96.58	96.60	96.50	96.75	96.58
	2	94.48	94.75	94.97	94.36	94.56	94.60	94.66	94.70	94.60	94.58	94.83
	3	74.27	74.46	74.53	74.12	74.21	74.44	74.37	74.40	74.22	74.02	74.02
	4	51.66	52.06	51.91	51.69	51.87	51.71	51.97	51.70	51.74	51.85	51.83
4	1	96.25	96.74	96.68	96.48	96.46	96.55	96.61	96.73	96.24	96.53	96.56
	2	94.51	94.61	94.58	94.33	94.46	94.53	94.38	94.68	94.35	94.58	94.77
	3	74.20	74.04	74.02	74.21	74.26	74.31	74.16	74.27	74.24	74.09	74.11
	4	52.00	51.86	51.86	51.80	52.03	51.80	51.98	51.89	51.94	51.87	51.86
5	1	96.72	97.09	96.68	96.58	96.92	96.76	96.82	96.75	96.80	96.78	96.71
	2	94.89	94.61	94.88	94.71	94.81	94.63	94.73	94.69	94.53	94.70	94.65
	3(*)	72.41	72.47	72.51	72.40	72.44	72.37	72.58	72.38	72.60	72.52	72.48
	4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
6	1	96.28	96.31	96.46	96.48	96.36	96.19	96.37	96.49	96.33	96.56	96.47
	2	94.64	94.50	94.88	94.53	94.55	94.63	94.68	94.53	94.79	94.68	94.70
	3	74.25	74.23	74.11	74.14	73.98	73.83	74.09	73.89	73.89	73.79	73.89
	4	51.91	51.93	51.88	51.80	51.89	51.78	51.65	51.57	51.53	51.69	51.62
7	1	96.67	96.48	96.54	96.66	96.82	96.43	96.56	96.59	96.68	96.53	96.55
	2	94.42	94.35	94.52	94.32	94.77	94.46	94.48	94.62	94.67	94.36	94.55
	3	74.26	74.19	74.37	74.10	74.09	74.14	74.01	74.13	74.07	74.22	74.21
	4	51.84	51.98	51.83	51.88	51.95	51.80	51.87	51.96	51.91	51.84	51.93

表 A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	水平数	$\omega/\%$										
		测定次数										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
8	1	97.24	97.05	96.94	96.98	97.05	96.89	96.80	97.12	97.01	96.72	96.82
	2	95.04	94.91	94.75	94.89	94.64	94.80	94.95	94.85	94.74	94.91	94.87
	3	74.48	74.26	74.35	74.20	74.22	74.34	74.40	74.36	74.43	74.40	74.28
	4	52.27	52.15	52.18	52.18	52.02	52.16	52.23	52.18	52.10	52.13	52.04

注：带(\*)标记的数据组为离群值数据组。