

ICS 77.120.99

CCS H 14

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.3—202X

钨铼合金化学分析方法
第3部分：钾含量的测定
火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten rhenium alloy—
Part 3: Determination of potassium content—
Flame atomic absorption spectrometry

(送审稿)

202X-XX-XX发布

202X-XX-XX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3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 辛克宁重量法；

——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的责任。

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、有研粉末新材料（合肥）有限公司、北矿检测技术股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、大冶有色金属集团控股有限公司、铜陵有色金属集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司、中铼新材料有限公司。

本文件主要起草人：张闯、陈雄飞、高琳、张静、李晓娜、逯孟丽、陈诗韵、顾旭盛、唐清、李晓瑜、潘颖、廖云安、刘柳枝、任树贵、刘美、张芳、鲍中瑞、方迪、王奕昀、余昶、李展鹏、徐青。

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 辛克宁重量法；
- 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钾含量的测试方法及其精密度。钾元素为钨及钨合金制备过程中的一种添加元素，可以有效提高材料的高温性能，改善再结晶后的室温塑性，有利于钨及钨合金丝的绕丝和运输储存。因此，准确测定钨铼合金中钾元素的含量显得尤为重要，对于研究材料的理化性能、改进制备工艺、把控产品质量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和分析检测标准及市场需求的基础上制定的，为钨铼合金中钾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。

钨铌合金化学分析方法

第3部分：钾含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本文件规定了钨铌合金中钾含量的测定方法。

本文件适用于钨铌合金中钾含量的测定。测定范围（质量分数）：0.0005%~0.010%。

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

试料以硝酸、氢氟酸溶解，加入氯化铯作消电离剂，以乙炔-空气火焰，于原子吸收光谱仪波长766.5 nm处，测量钾的吸光度，根据工作曲线计算得到钾的质量浓度。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，二级。

5.2 金属钨（ $w_w \geq 99.99\%$ ， $w_k < 0.0001\%$ ）。

5.3 金属铌（ $w_{Nb} \geq 99.99\%$ ， $w_k < 0.0001\%$ ）。

5.4 硝酸（ $\rho = 1.42 \text{ g/mL}$ ）。

5.5 氢氟酸（ $\rho = 1.15 \text{ g/mL}$ ）。

5.6 氯化铯溶液（25 g/L）：称取25 g氯化铯（钾含量不大于0.0005%）溶于1000 mL水中，混匀。

5.7 钾标准贮存溶液：称取0.1907 g的氯化钾（ $w_{KCl} \geq 99.99\%$ ，预先经550 °C灼烧1 h，并置于干燥器内冷却至室温）置于石英烧杯中，加水溶解，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100 μg钾。或使用国内外市售的有证溶液标准物质/标准样品。

5.8 钾标准溶液：移取25.00 mL钾标准贮存溶液（5.7）于500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含5 μg钾。或使用国内外市售的有证溶液标准物质/标准样品。

6 仪器设备

原子吸收光谱仪，附钾空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，钾的特征浓度应不大于0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的1.0%；用最低浓度的标准溶液（非“零”浓度标准溶液）测量10次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的0.5%。

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段吸光度的差值之比应不小于0.7。

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0.50 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

称取与试料（8.1）含钨量和含铼量相同的金属钨（5.2）和金属铼（5.3），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7 mL硝酸（5.4）、3 mL氢氟酸（5.5），盖上杯盖，低温加热至完全溶解，取下，冷却至室温。用水冲洗烧杯盖及内壁，将溶液移入100 mL塑料容量瓶中。

8.4.2 加入5 mL氯化铯溶液（5.6），用水稀释至刻度，混匀。

8.4.3 将试料溶液（8.4.2）和空白试液于原子吸收光谱仪766.5 nm处，采用空气-乙炔火焰，以水调零，测量钾的吸光度。从工作曲线上查得相应的钾的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 称取七份与试料（8.1）含钨量和含铼量相同的金属钨（5.2）和金属铼（5.3）置于一组100 mL聚四氟乙烯烧杯中，按8.4.1步骤进行操作。分别加入0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、12.00 mL钾标准溶液（5.8），按8.4.2步骤进行操作。

8.5.2 于原子吸收光谱仪766.5 nm处，采用空气-乙炔火焰，以水调零，测量系列标准溶液（8.5.1）中钾的吸光度，以钾的质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 试验数据处理

钾含量以钾的质量分数 ω 计，按公式（1）计算：

$$\omega = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

ρ ——自工作曲线上查得试料溶液中钾的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——自工作曲线上查得空白溶液中钾的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）

V ——试液总体积，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四位。当质量分数为0.010%时，计算结果表示至小数点后三位。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。精密度实验原始数据参见附录A。

表1 重复性限（ r ）

$\omega/\%$	0.0005	0.0015	0.0052	0.010
$r/\%$	0.0001	0.0002	0.0003	0.001

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。精密度实验原始数据参见附录A。

表2 再现性限（ R ）

$\omega/\%$	0.0005	0.0015	0.0052	0.010
$R/\%$	0.0001	0.0002	0.0005	0.002

11 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；
- 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 10 家实验室对钾含量的 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钾含量在重复性条件下独立测定 9 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 n								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	1	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005
	2	0.0015	0.0016	0.0015	0.0015	0.0015	0.0016	0.0016	0.0016	0.0015
	3	0.0052	0.0053	0.0051	0.0051	0.0052	0.0050	0.0051	0.0053	0.0052
	4	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.011	0.011	0.010	0.010
2	1	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005
	2	0.0015	0.0015	0.0015	0.0015	0.0014	0.0015	0.0015	0.0015	0.0015
	3	0.0051	0.0052	0.0053	0.0052	0.0052	0.0052	0.0052	0.0052	0.0052
	4	0.010	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	0.011	0.010
3	1	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005
	2	0.0016	0.0016	0.0015	0.0015	0.0015	0.0015	0.0016	0.0016	0.0015
	3	0.0052	0.0053	0.0051	0.0051	0.0053	0.0051	0.0051	0.0053	0.0053
	4	0.011	0.010	0.010	0.010	0.010	0.011	0.011	0.010	0.010
4	1	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005
	2	0.0016	0.0015	0.0015	0.0015	0.0015	0.0016	0.0016	0.0015	0.0015
	3	0.0051	0.0052	0.0051	0.0051	0.0052	0.0051	0.0053	0.0053	0.0053
	4	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
5	1(*)	0.0007	0.0007	0.0007	0.0007	0.0008	0.0007	0.0008	0.0007	0.0007
	2(*)	0.0017	0.0017	0.0017	0.0017	0.0017	0.0018	0.0017	0.0017	0.0018
	3	0.0053	0.0053	0.0053	0.0053	0.0052	0.0051	0.0051	0.0052	0.0050
	4	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
6	1	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005
	2	0.0016	0.0016	0.0015	0.0016	0.0016	0.0015	0.0016	0.0016	0.0015
	3	0.0052	0.0054	0.0053	0.0052	0.0053	0.0051	0.0053	0.0054	0.0051
	4	0.010	0.010	0.011	0.011	0.010	0.010	0.011	0.011	0.010
7	1	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005
	2	0.0015	0.0015	0.0015	0.0016	0.0016	0.0015	0.0016	0.0015	0.0016
	3	0.0051	0.0052	0.0052	0.0051	0.0051	0.0050	0.0052	0.0051	0.0053
	4	0.011	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.011	0.010	0.010

表 A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	水平数	$\omega/\%$								
		测定次数 n								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
8	1(*)	0.0006	0.0005	0.0006	0.0006	0.0007	0.0005	0.0005	0.0006	0.0006
	2(*)	0.0012	0.0010	0.0014	0.0011	0.0010	0.0009	0.0012	0.0011	0.0010
	3(*)	0.0041	0.0044	0.0041	0.0041	0.0041	0.0042	0.0043	0.0041	0.0039
	4	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
9	1	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005
	2	0.0015	0.0015	0.0015	0.0015	0.0015	0.0015	0.0016	0.0015	0.0015
	3	0.0052	0.0050	0.0053	0.0051	0.0052	0.0052	0.0051	0.0052	0.0051
	4	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
10	1(*)	0.0033	0.0033	0.0033	0.0034	0.0032	0.0032	0.0032	0.0032	0.0032
	2	0.0015	0.0015	0.0015	0.0014	0.0015	0.0015	0.0015	0.0015	0.0015
	3(*)	0.0063	0.0065	0.0065	0.0065	0.0064	0.0064	0.0066	0.0066	0.0061
	4(*)	0.011	0.012	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011

注：带(*)标记的数据组为离群值数据组。