

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1075.10—20XX

钒铝、钼铝中间合金化学分析方法
第10部分：钠含量的测定
火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of vanadium-aluminium and
molybdenum-aluminium master alloys—
Part 10: Determination of sodium content—
Flame atomic absorption spectrometry

(报批稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

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YS/T 1075《钒铝、钼铝中间合金化学分析方法》的第10部分。YS/T 1075已经发布了以下部分：

- 第1部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第2部分：钼量的测定 钼酸铅重量法；
- 第3部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第4部分：钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和硫酸亚铁铵滴定法；
- 第5部分：铝量的测定 EDTA 滴定法；
- 第6部分：碳量的测定 高频燃烧-红外吸收法；
- 第7部分：氧量的测定 惰性气体熔融-红外法；
- 第8部分：钼、铝量的测定 X-荧光光谱法；
- 第9部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法；
- 第10部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第11部分：氮含量的测定 惰性气体熔融热导法；
- 第12部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第13部分：铁、硅、钼、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

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：西安汉唐分析检测有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、北矿检测技术有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、广西壮族自治区分析测试研究中心、国合通用（青岛）测试评价有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、宁夏东方铝业股份有限公司、承德天大钒业有限责任公司、大连融德特种材料有限公司。

本文件主要起草人：禄妮、孙宝莲、卢超培、刘雷雷、覃永振、朱琳、左鸿毅、韦猛、王兴君、邱长丹、张俊峰、关淑平、曾繁武。

引 言

钒铝、钼铝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，对钒铝、钼铝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。YS/T 1075 旨在通过实验研究建立一套完整且切实可行的钒铝、钼铝中间合金化学分析方法标准，拟由十三部分组成：

- 第 1 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 2 部分：钼量的测定 钼酸钡重量法；
- 第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 5 部分：铝量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 6 部分：碳量的测定 高频燃烧-红外吸收法；
- 第 7 部分：氧量的测定 惰性气体熔融-红外法；
- 第 8 部分：钼、铝量的测定 X-荧光光谱法；
- 第 9 部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法；
- 第 10 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：氮含量的测定 惰性气体熔融热导法；
- 第 12 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 13 部分：铁、硅、钼、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件完善了钒铝、钼铝中间合金的生产产业链，对提升钒铝、钼铝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。

钒铝、铝铝中间合金化学分析方法

第 10 部分：钠含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本文件规定了钒铝、铝铝中间合金中钠含量的测定方法。

本文件适用于钒铝、铝铝中间合金中钠含量的测定。测定范围：0.001%~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 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 原理

试料用硝酸-盐酸混合酸溶解。在酸性介质中，用氯化铯作消电离剂，于火焰原子吸收光谱仪波长 589.0 nm 处，在基体匹配条件下测量钠的吸光度。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和符合 GB/T 6682 要求的实验室二级水。

5.1 金属钼 ($w_{Mo} \geq 99.9\%$, $w_{Na} \leq 0.0001\%$)。

5.2 金属铝 ($w_{Al} \geq 99.9\%$, $w_{Na} \leq 0.0001\%$)。

5.3 金属钒 ($w_V \geq 99.9\%$, $w_{Na} \leq 0.0001\%$)。

5.4 盐酸 ($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$)。

5.5 硝酸 (1+1)。

5.6 氯化铯溶液 (25 g/L)。

5.7 钠标准贮存溶液：准确称取 2.5421 g 基准氯化钠（预先在 450 °C~500 °C 的高温炉中灼烧到无爆裂声），置于 300 mL 塑料烧杯，加水溶解，移入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。存储于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 钠。

YS/T 1075. 10—20××

5.8 钠标准溶液 A: 移取 10.00 mL 钠标准贮存溶液 (5.7) 于 100 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀, 存储于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μg 钠。

5.9 钠标准溶液 B: 移取 10.00 mL 钠标准溶液 A (5.8) 于 100 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀, 存储于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 10 μg 钠。

6 仪器设备

火焰原子吸收光谱仪, 附钠空心阴极灯。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, 钠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 (不是“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: 将标准曲线按浓度等分成五段, 最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比, 应不小于 0.60。

7 样品

样品粒度应小于 500 μm 。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.25 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 150 mL 石英烧杯或聚四氟乙烯烧杯中, 分次加入 10 mL 硝酸 (5.5), 2 mL 盐酸 (5.4), 低温加热至试料溶解完全, 取下冷却至室温。

8.4.2 将溶液移入 50 mL 塑料容量瓶中, 加入 2 mL 氯化铯溶液 (5.6), 用水稀释至刻度, 混匀。

8.4.3 于火焰原子吸收光谱仪波长 589.0 nm 处, 用空气-乙炔火焰, 以水调零, 测量试液 (8.4.2) 的吸光度, 减去随同试料空白试验溶液的吸光度, 从工作曲线上查出相应的钠量。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 称取六份一定量的金属钼 (5.1)、金属钒 (5.2) 和金属铝 (5.3), 分别置于一组 150 mL 石英烧杯或聚四氟乙烯烧杯中, 加入 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL 钠标准溶液 B (5.9), 以下按 8.4.1~8.4.2 操作。

注: 对于钒铝中间合金, 当钒含量为 50%~70%时, 称取 0.15 g 金属钒 (5.2) 和 0.10 g 金属铝 (5.3) 进行基体匹配;

当钒含量为70%~90%时,称取0.20 g金属钒(5.2)和0.05 g金属铝(5.3)进行基体匹配;对于钼铝中间合金,称取0.16 g金属钼(5.1)和0.09 g金属铝(5.3)进行基体匹配。

8.5.2 于火焰原子吸收光谱仪波长589.0 nm处,用空气-乙炔火焰,在与试液(8.4.2)相同测定条件下,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度,减去系列标准溶液中零浓度溶液的吸光度,以钠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

钠含量以钠的质量分数 w_{Na} 计,按公式(1)计算:

$$w_{\text{Na}} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_{Na} ——试料中钠的质量分数;

ρ_1 ——试液中钠的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——空白试验溶液中钠的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料质量,单位为克(g)。

计算结果保留至小数点后第三位,按GB/T 8170的规定修约。

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)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见附录A。

表1 重复性限

$w_{\text{Na}}/\%$	0.002	0.007	0.012	0.018
$r/\%$	0.001	0.001	0.001	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)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见附录A。

表2 再现性限

$w_{\text{Na}}/\%$	0.002	0.007	0.012	0.018
$R/\%$	0.001	0.001	0.002	0.004

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；
- 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 8 家实验室对钠含量的 4 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钠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	n											
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	
1	1	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002
	2	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007
	3	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.013	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.013
	4	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017
2	1	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002
	2	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007
	3	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012
	4	0.018	0.018	0.018	0.018	0.018	0.017	0.018	0.017	0.018	0.017	0.018	0.018
3	1	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002
	2	0.007	0.007	0.006	0.007	0.007	0.006	0.006	0.007	0.006	0.007	0.006	0.006
	3	0.013	0.013	0.013	0.013	0.012	0.013	0.011	0.012	0.012	0.011	0.013	0.013
	4	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.018	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017
4	1	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002
	2	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007
	3	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.013	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.013
	4	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017
5	1	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002
	2	0.007	0.006	0.006	0.006	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007
	3	0.012	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.013	0.012	0.013
	4	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020	0.020
6	1	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002
	2	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007
	3	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012

表 A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	水平数	n										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
6	4	0.021	0.021	0.021	0.021	0.021	0.021	0.021	0.021	0.021	0.021	0.021
7	1	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002
	2	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007
	3	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012
	4	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017
8	1	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002
	2	0.007	0.007	0.007	0.007	0.006	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007
	3	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012	0.011	0.012	0.012	0.012	0.012	0.012
	4	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017	0.017

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示