

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.1—202X

钼铼合金化学分析方法

第1部分：铼含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum rhenium alloy—

Part 1: Determination of rhenium content—

Inductively coupled plasma optical emission spectrometry

(报批稿)

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》的规定起草。

本文件是YS/T XXXX《钼铼合金化学分析方法》的第1部分。YS/T XXXX已经发布了以下部分：

- 第1部分：铼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第2部分：钼含量的测定 钼酸铅重量法；
- 第3部分：铝、钙、铜、铁、镁、锰、硅、钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第4部分：铝、钙、铜、铁、镁、锰、镍、锡、钨含量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第5部分：碳和硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第6部分：氧和氮含量的测定 惰性气体熔融-红外吸收法和热导法；
- 第7部分：氢含量的测定 惰性气体熔融-红外吸收法和热导法。

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、西安汉唐分析检测有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、有研亿金新材料股份有限公司、金堆城钼业股份有限公司、紫金铜业有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、中铝材料应用研究院有限公司、有研资源环境技术研究院（北京）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：徐青、张晓、陈雄飞、孙海峰、杨雪茹、邢银娟、曹玉、刘朝方、谢明明、赖秋祥、丁郁航、张金娥、屈伟、孙栋明、李子璇、包卫东、柴玉青、陈夏婷、扶元初、王广达、张芳、游海平。

引 言

钼铌合金是一种以钼、铌为主要化学成分的二元合金材料。钼铌合金具有优异的性能，在航空航天、电子技术、核工业、医疗器械以及加热设备等领域得到广泛地应用。钼铌合金的性能与其化学成分之间有着密切关系，国内缺乏该合金的化学分析方法标准，建立一套针对钼铌合金化学成分的分析方法标准是十分必要的。

YS/T XXXX 拟由以下 7 个部分组成：

- 第 1 部分：铌含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 2 部分：钼含量的测定 钼酸铅重量法；
- 第 3 部分：铝、钙、铜、铁、镁、锰、硅、钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 4 部分：铝、钙、铜、铁、镁、锰、镍、锡、钨含量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 5 部分：碳和硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 6 部分：氧和氮含量的测定 惰性气体熔融-红外吸收法和热导法；
- 第 7 部分：氢含量的测定 惰性气体熔融-红外吸收法和热导法。

本文件的制定为钼铌合金中铌含量测定提供了重要依据，填补了国内外空白，对于提高检测结果的可靠性和可比性、减少供应商和客户之间因检测误差造成的商业纠纷、助力钼铌合金产业化发展具有十分重要的作用。

钼铌合金化学分析方法

第1部分：铌含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本文件规定了钼铌合金中铌含量的测定方法。

本文件适用于钼铌合金中铌含量的测定。测定范围：5.00%~50.00%。

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 原理

试料经过氧化氢溶解后，在稀硝酸介质中，采用电感耦合等离子体原子发射光谱仪，于推荐的分析谱线处测定铌的发射强度，根据工作曲线计算得到铌的质量浓度。

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 过氧化氢（30%，优级纯）。

5.2 硝酸（1+1）。

5.3 铌元素标准贮存溶液（1 mg/mL）：优先采用市售有证标准溶液。

6 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪：具背景校正发射光谱计算控制系统，推荐的分析谱线为197.248 nm。

7 样品

将样品加工成粒度不大于 0.150 mm 的粉末或厚度不大于 1 mm 的碎屑。

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 烧杯中，加入 10 mL 水和 5 mL 过氧化氢 (5.1)，盖上表面皿，低温加热至完全溶解，取下，稍冷。加入 4 mL 硝酸 (5.2)，加热煮沸 2 min 后，取下，冷却至室温。

8.4.2 将试液 (8.4.1) 移入 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

表 1 分取试液体积表

铯的质量分数 %	分取试液体积 mL
5.00~30.00	10.00
>30.00~50.00	5.00

8.4.3 按表 1 移取试液 (8.4.2) 于 100 mL 容量瓶中，加入 4 mL 硝酸 (5.2)，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.4 在选定的仪器工作条件下，采用电感耦合等离子体原子发射光谱仪于推荐的分析波长处测定试液中铯的发射强度，从工作曲线上查得铯的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 待测元素标准溶液 (5.3) 于一组 100 mL 容量瓶中，加入 4 mL 硝酸 (5.2)，用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测量系列标准溶液 (8.5.1) 中铯的发射强度，以铯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 0.9999。

9 试验数据处理

铯含量以铯的质量分数 w_{Re} 计，按公式 (1) 计算：

$$w_{\text{Re}} = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V_1 \cdot V_3 \times 10^{-6}}{m \cdot V_2} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

ρ ——样品试液中铯的质量浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

ρ_0 ——空白试液中铈的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V_1 ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

V_3 ——分取试液定容的体积，单位为毫升（mL）；

m ——称取试料的质量，单位为克（g）；

V_2 ——分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

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2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 重复性限

$w_{\text{Re}}/\%$	4.96	13.88	34.70	47.40
$r/\%$	0.12	0.22	0.38	0.57

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3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3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 3 再现性限

$w_{\text{Re}}/\%$	4.96	13.88	34.70	47.40
$R/\%$	0.22	0.26	0.53	0.88

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 2021 年由 8 家实验室对铍含量的 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铍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	样品水平	$w_{Be}/\%(n=11)$										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1#	4.91	4.95	4.91	4.92	4.91	4.93	4.94	4.95	4.93	4.94	4.92
	2#	13.80	13.77	13.81	13.83	13.77	13.87	13.80	13.95	13.89	13.85	13.89
	3#	34.57	34.50	34.62	34.54	34.49	34.40	34.70	34.41	34.34	34.76	34.70
	4#	47.12	47.23	47.33	47.26	47.21	47.44	47.23	47.22	47.22	47.44	47.25
2	1#	5.09	5.10	5.14	5.16	5.09	5.08	5.15	5.14	5.12	5.14	5.16
	2#	14.38	14.34	14.37	14.39	14.29	14.45	14.39	14.36	14.39	14.41	14.28
	3#	34.88	34.81	35.14	35.19	34.69	34.97	35.09	34.65	34.78	34.87	34.83
	4#	47.91	47.59	47.91	47.91	48.02	47.68	48.01	48.02	47.66	47.71	47.78
3	1#	4.86	4.98	4.91	5.10	4.91	5.02	5.01	4.92	4.91	4.96	4.90
	2#	13.84	13.88	13.65	13.65	13.84	13.60	13.76	13.71	13.84	13.60	13.79
	3#	34.64	34.88	34.51	34.62	34.92	34.87	34.52	34.86	34.97	34.89	34.45
	4#	47.05	47.83	47.02	47.16	47.19	47.21	47.26	47.84	47.19	47.61	47.13
4	1#	5.08	5.11	5.13	5.14	5.12	5.08	4.94	5.02	4.95	5.00	4.92
	2#	13.89	13.94	13.86	13.87	13.82	13.98	13.89	13.95	13.79	13.85	13.91
	3#	34.75	34.69	34.73	34.80	34.71	34.82	34.77	34.80	34.69	34.71	34.77
	4#	47.25	47.39	47.29	47.58	47.60	47.59	47.33	47.51	47.55	47.63	47.36
5	1#	5.02	4.94	5.00	5.04	5.02	4.96	4.98	5.04	4.98	5.06	5.02
	2#	13.84	13.80	13.76	13.64	13.96	13.98	13.96	13.76	13.78	13.80	13.82
	3#	34.62	34.78	34.50	34.90	34.86	34.46	35.10	34.58	34.74	34.58	34.74
	4#	47.72	47.36	47.44	47.44	47.32	46.72	47.32	47.20	47.20	47.96	46.32
6	1#	5.23	5.20	5.19	5.19	5.20	4.96	5.16	5.10	5.18	5.22	5.07
	2#	14.60	14.59	14.40	14.46	14.44	14.59	14.48	14.33	14.36	14.44	14.30
	3#	36.69	36.36	36.25	36.58	36.20	36.42	36.31	36.28	36.45	36.33	36.48
	4#	49.60	49.22	49.25	49.44	49.03	49.23	49.48	49.55	49.21	49.23	49.50
7	1#	4.89	4.90	4.86	4.89	4.79	4.86	4.81	4.85	4.80	4.85	4.91
	2#	13.76	13.87	13.92	13.64	13.91	13.61	13.79	13.69	13.78	13.65	13.68
	3#	34.68	34.77	34.56	34.53	34.73	34.58	34.56	34.55	34.74	34.62	34.65
	4#	47.45	47.41	47.48	47.27	47.39	47.48	47.35	47.46	47.42	47.39	47.28

表 A.1 精密度试验原始数据(续)

实验室	样品水平	$w_{Fe}/\%(n=11)$										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
8	1#	4.96	4.93	4.89	4.99	4.95	4.90	4.97	4.98	4.89	4.93	4.93
	2#	13.85	13.88	13.84	13.78	13.89	13.81	13.83	13.80	13.92	13.84	13.83
	3#	34.85	34.71	34.82	34.85	34.78	34.89	34.88	34.81	34.82	34.89	34.74
	4#	47.19	47.23	47.33	47.41	47.38	47.33	47.27	47.10	47.29	47.38	47.34