YS

ICS 77.120.99

CCS H 17

中华人民共和国工业和信息化部 发布

202×-××-××实施

202×-××-××发布

银钨合金化学分析方法

第2部分：钨含量的测定

辛可宁重量法

Methods for chemical analysis of silver-tungsten alloy—

Part 2：Determination of tungsten content—

Cinchonine gravimetric method

（讨论稿）

YS/T XXXX.1—202X

中华人民共和国有色金属行业标准

银钨合金化学分析方法

第2部分：钨含量的测定

1 范围

本部分规定了辛可宁重量法测定银钨合金中钨含量的方法。

本部分适用于银钨合金中钨含量的测定。测定范围：20.00%～90.00%。

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，凡是注日期的引用文件，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 方法提要

试料用氢氟酸和硝酸溶解，加入盐酸沉淀银，过滤分离银。滤液经硝酸氧化，钨形成钨酸沉淀,加入辛可宁使钨酸沉淀完全，经过滤，灼烧至恒量，称量，即为三氧化钨质量。用氨水溶解氯化银沉淀，用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定沉淀中钨的含量。即可计算钨的含量。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上的试剂和三级水。

5.1 氢氟酸（*ρ=*1.14 g/L）。

5.2 硝酸（*ρ=*1.42 g/L）。

5.3 盐酸（*ρ=*1.19 g/L）。

5.4 氨水（*ρ=*0.91 g/L）。

5.5 硼酸饱和溶液。

5.6 辛可宁溶液（100g/L）：称取10 g辛可宁溶解于100 mL盐酸（1+1）中。

5.7 辛可宁洗液（3g/L）：移取30mL辛可宁溶液（5.5），用水稀释至1000 mL。

5.8 钨标准溶液：称取1.260g经750℃灼烧过的纯三氧化钨[w(WO3)≥99.95%]，置于250mL烧杯中，加入20mL氢氧化钠溶液（200g/L），微热至溶解完全，冷却，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中。此溶液1mL含lmg钨。

5.9 钨标准溶液：移取10.00mL钨标准贮存溶液（5.8），置于100mL容量瓶中，加入6mL硝酸（5.2），2mL氢氟酸（5.1），用水定容、混匀。次溶液1mL含100µg钨。

5.10 滤纸浆。

6 仪器

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

——仪器的实际分辨率：200 nm处光谱分辨率应小于0.01 nm。

——仪器的短期稳定性：测量10次最高浓度的标准溶液的净光强，计算其标准偏差，其相对标准偏差应小于1％。

6.2 高温炉。

7 试样

将试样加工成厚度不大于1 mm的碎屑。

8 分析步骤

8.1 试料

称取质量（*m*）为0.20 g的试样（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（8.1）做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于聚四氟乙烯烧杯中，沿壁吹入少量水，加入3 mL氢氟酸（5.1）和3 mL硝酸（5.2），置于电热板上加热至溶解完全，取下，冷却至室温。

8.4.2 向溶液中加入2 mL盐酸（5.3），于电热板上加热10 min后取下稍冷，过滤，滤液收集于盛有10 mL硼酸饱和溶液（5.5）的400 mL玻璃烧杯中，保留沉淀。

8.4.3 向烧杯加入10 mL盐酸（5.3），少量滤纸浆（5.10），加入去离子水至100 mL，于电热板上加热至微沸1h, 缓慢加入5 mL辛可宁溶液（5.6），充分搅拌后在80 °C左右保温4 h或室温放置过夜。

8.4.4 用定量滤纸过滤,用辛可宁洗液（5.7）洗涤沉淀10次以上,将沉淀及滤纸置于铂坩埚中，灰化，于800 °C的马弗炉内灼烧1h取出，置于干燥器中冷却至室温，称量。反复灼烧至恒量。

8.4.5 用热氨水（5.4）将（8.4.2）中的沉淀洗入烧杯，加入20 mL氨水（5.4），加热至溶解清亮。取下冷却后移入100 mL容量瓶中，用水定容，摇匀。

8.4.6在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，于选定的分析谱线处，测量试液（8.4.5）及随同试料空白溶液的钨的发射光强度，仪器依据工作曲线（8.5）计算出经空白校正的钨的质量浓度。

8.5工作曲线的绘制

移取0.00 mL、1.00 mL、2.00mL、5.00mL、10.00mL钨标准溶液B（5.9）于一组100 mL容量瓶中，加入2 mL氢氟酸（5.1），6 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。在电感耦合等离子体发射光谱仪上，于选定的分析谱线处，测量标钨的发射强度。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。

9 试验数据处理

钨含量以钨质量分数*w*W计，按式（1）计算：

$w=\frac{\left（m1-m2\right）-（m3-m4）}{m}×0.7930+\frac{\left（ρ-ρ0\right）∙V×10^{-6}}{m}$$w=\frac{\left（m2-m1\right）-\left（m4-m3\right）}{m}×0.7930$…………………………（1）

 式中：

*m*1——铂坩埚和WO5的质量，单位为克（g）；

*m*2——铂坩埚的质量，单位为克（g）；

*m*3——铂坩埚和随同试样空白的质量，单位为克（g）；

*m*4——随同试样空白的铂坩埚质量，单位为克（g）；

*m* ——试料的质量，单位为克（g）；

*ρ*——自工作曲线上查得的测定试液中钨的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ*0——自工作曲线上查得的空白溶液中钨的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V*——试液总体积，单位为毫升（mL）；

0.7930——氧化钨算为钨的换算因数。

计算结果表示到小数点后两位，数值修约执行GB/T 8170-2008中3.2、3.3条款。

4.7 精密度

4.7.1 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，精密度实验原始数据参见附录A。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：

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*W/% |  |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |  |

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，精密度实验原始数据参见附录A。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。

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*W /% |  |  |  |  |  |
| *R*/% |  |  |  |  |  |

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。