

ICS 77.120.99

CCS H 17

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.1—202X

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

(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》的规定起草。

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

——第1部分：

——第2部分：

——第3部分：

——第4部分：

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、广东省工业分析检测中心、贵研铂业股份有限公司、江西省汉氏贵金属有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、中铝材料应用研究院有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、福建紫金矿冶测试技术有限公司、有研亿金新材料有限公司、紫金铜业有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司。

本文件主要起草人：

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

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 原理

试料用氢氟酸和硝酸溶解，加入盐酸沉淀银，过滤分离银。硼酸络合滤液中多余的氟离子，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。滤液对结果进行修正。

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 ($\rho=1.14$ g/L)。

5.2 硝酸 ($\rho=1.42$ g/L)。

5.3 盐酸 ($\rho=1.19$ g/L)。

5.4 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，取上层饱和溶液。

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

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

5.7 钨标准溶液：称取 1.260 g 经 750 °C 灼烧过的纯三氧化钨 [$w_{\text{WO}_3} \geq 99.95\%$]，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。

5.8 钨标准溶液：移取 10.00 mL 钨标准贮存溶液 (5.7)，置于 100 mL 容量瓶中，加入 6 mL 硝酸 (5.2)，

2 mL 氢氟酸 (5.1), 用水定容、混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钨。

5.9 滤纸浆。

6 仪器

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪: 仪器的实际分辨率在 200 nm 处光谱分辨率应小于 0.007 nm, 400 nm 处光谱分辨率应小于 0.01 nm; 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, 工作温度不低于 800 $^{\circ}\text{C}$ 。

7 试样

将试样加工成厚度不大于 1 mm 的屑状或粉状。

8 分析步骤

8.1 样品

称取 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 5 mL 氢氟酸 (5.1) 和 5 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 1 mL 盐酸 (5.3), 于电热板上加热 10 min 后取下, 趁热用快速滤纸快速过滤于盛有 10 mL 硼酸饱和溶液 (5.4) 的 400 mL 玻璃烧杯中, 洗涤沉淀 7 遍以上。

8.4.3 向烧杯加入 10 mL 盐酸 (5.3), 少量滤纸浆 (5.9), 加水至 150 mL~200 mL, 盖上表面皿, 于电热板上加热至微沸 1h, 缓慢加入 5 mL 辛可宁溶液 (5.5), 充分搅拌后于 80 $^{\circ}\text{C}$ 左右保温约 4 h 或室温放置过夜。

8.4.4 用慢速定量滤纸过滤, 滤液收集于 500 mL 玻璃容量瓶中, 用辛可宁洗液 (5.6) 洗涤沉淀 7 次以上, 将沉淀及滤纸置于已恒重的坩埚中, 灰化, 于 800 $^{\circ}\text{C}$ 的高温炉内灼烧 1 h 取出, 置于干燥器中冷却至室温, 称量。反复灼烧至恒量。滤液用水定容, 摇匀后待测。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 钨标准溶液 (5.8) 于一组 100 mL 塑料容量瓶中, 加入 2 mL 氢氟酸 (5.1) 和 6 mL 硝酸 (5.2), 用水稀释至刻度, 摇匀。

8.5.2 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。将系列标准溶液 (8.5.1) 引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中, 选择仪器合适的分析条件, 测量系列标准溶液中钨元素的强度。当工作曲线的线性相关系数不小于 0.999 时, 即可进行溶液 (8.4.4) 的测定。

9 试验数据处理

钨含量以钨质量分数 w 计，按式 (1) 计算：

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

式中：

- w ——钨的质量分数，单位为质量百分数 (%)；
- m_1 ——坩埚和灼烧后沉淀的质量，单位为克 (g)；
- m_2 ——坩埚的质量，单位为克 (g)；
- m_3 ——坩埚和随同试样空白的质量，单位为克 (g)；
- m_4 ——随同试样空白的坩埚质量，单位为克 (g)；
- ρ ——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)；
- k ——氧化钨算为钨的换算因数，为 0.7930。

计算结果表示到小数点后两位，数值修约执行 GB/T 8170-2008。

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，精密度实验原始数据参见附录A。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：

表 1 重复性限

$w/\%$	32.47	42.46	55.41	66.27	76.33
$r/\%$	0.49	0.57	0.57	0.56	0.55

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。

表 2 再现性限

$w/\%$	32.47	42.46	55.41	66.27	76.33
$R/\%$	0.67	0.57	0.65	0.89	0.99

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 11 家实验室对钨含量的 5 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。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	测定次数										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1#	32.59	32.24	32.45	32.61	32.63	32.6	32.5	32.71	32.49	32.72	32.46
	2#	42.19	42.53	42.55	42.25	42.1	42.57	42.24	42.36	42.5	42.22	42.46
	3#	55.46	55.19	55.31	55.34	55.13	55.55	55.3	55.35	55.61	55.45	55.52
	4#	66.35	66.5	66.34	66.64	66.56	66.43	66.17	66.51	66.27	66.49	66.35
	5#	76.53	76.7	76.39	76.33	76.5	76.65	76.42	76.74	76.37	76.65	76.6
2	1#	32.79	32.76	32.12	32.72	32.54	32.66	32.45				
	2#	42.3	42.83	42.77	42.56	42.33	42.4	42.52				
	3#	54.91	55.06	55.16	55.25	55.4	54.99	55.36				
	4#	65.8	66.55	66.64	65.93	66.02	66.24	66.17				
	5#	76.02	76.35	76.32	75.69	75.98	76.12	76.08				
3	1#	32.57	32.05	32.49	32.51	32.57	32.02	32.55	32.72	32.4	32.62	32.56
	2#	42.19	42.45	42.5	42.45	42.19	42.56	42.44	42.76	42.52	43.14	42.41
	3#	56.13	55.32	55.45	55.29	55.37	55.45	55.42	55.4	55.58	55.51	55.37
	4#	66.67	66.61	66.42	66.51	66.49	66.52	66.38	66.26	66.53	66.29	66.5
	5#	76.41	76.31	76.49	76.45	76.43	76.68	76.29	76.18	76.48	76.8	76.36
4	1#	32.33	32.41	32.19	32.29	32.34	32.28	32.33	32.37	32.41	32.17	32.19
	2#	42.43	42.29	42.38	42.51	42.38	42.29	42.23	42.38	42.27	42.19	42.38
	3#	55.38	55.29	55.29	55.19	55.37	55.28	55.41	55.39	55.28	55.28	55.41
	4#	66.38	66.29	66.12	66.28	66.34	66.41	66.52	66.28	66.18	66.39	66.43
	5#	76.54	76.71	76.34	76.52	76.72	76.29	76.49	76.39	76.29	76.45	76.48
5	1#	33.01	32.52	32.85	32.55	32.43	32.68	32.35	32.58	32.48	32.52	32.77
	2#	42.68	42.73	42.45	42.15	42.19	42.67	42.44	42.52	42.42	42.32	42.29
	3#	55.12	55.25	55.7	55.52	55.44	55.42	55.38	55.39	55.21	55.35	55.23
	4#	66.01	66.12	66.65	66.24	66.48	66.55	66.62	66.42	66.35	66.44	66.11
	5#	76.33	76.39	76.42	76.28	76.56	76.42	76.68	76.72	76.37	76.23	76.68
6	1#	32.69	33.12	32.06	33.11	32.68	32.8	32.36	33.05	32.69	32.77	32.56
	2#	42.09	42.63	42.13	42.06	42.71	42.36	41.89	42.26	42.15	42.43	42.66
	3#	55.71	55.19	55.33	55.27	55.46	55.85	55.32	55.15	55.27	55.49	55.55

	4#	66.15	66.02	66.64	66.32	66.56	66.48	66.11	66.42	66.28	66.62	66.45
	5#	76.73	76.37	76.47	76.03	76.25	76.45	76.62	76.7	76.33	76.55	76.62
7	1#	33.11	32.86	32.61	32.45	32.55	32.6	32.54	32.8	32.75	32.65	32.78
	2#	43.19	42.67	42.97	42.77	42.8	42.8	42.75	42.83	42.76	42.68	42.82
	3#	55.28	55.38	55.65	55.43	55.75	55.45	55.48	55.44	55.3	55.52	55.25
	4#	66.72	66.56	66.5	66.75	66.62	66.48	66.45	66.75	66.69	66.8	66.61
	5#	76.81	76.88	76.98	76.6	76.72	76.75	76.56	76.68	76.73	76.85	76.5
8	1#	32.58	32.64	32.64	32.63	32.33	32.46	32.63	32.43	32.64	32.67	32.77
	2#	42.87	42.99	42.7	42.68	42.44	42.95	43	42.83	42.91	42.86	42.78
	3#	55.55	55.61	55.31	55.82	55.31	55.97	55.38	55.12	55.26	55.03	55.01
	4#	66.01	65.42	65.88	65.77	65.65	66.15	66.13	66	65.89	65.29	66.02
	5#	76.12	75.51	75.58	75.85	76.25	75.65	76.17	75.68	75.7	75.74	75.59
9	1#	31.69	32.03	32.35	31.95	32.26	32.16	32.12	31.98	32.28	32.22	32.1
	2#	41.71	42.22	41.65	42.19	41.99	42.03	41.69	42.07	42.15	42.55	42.48
	3#	55.73	55.39	55.65	55.46	55.68	55.7	55.6	55.63	55.49	55.75	55.58
	4#	65.76	65.95	66.49	66.86	66.03	65.99	65.85	66.66	66.82	66.39	66.73
	5#	75.93	76.25	76.44	76.51	75.99	76.02	76.4	76.36	76.21	76.09	76.39
10	1#	32.6	32.49	32.44	32.5	32.48	32.45	32.4	32.37	32.35	32.39	32.82
	2#	42.58	42.32	42.7	42.51	42.41	42.44	42.42	42.43	42.48	42.38	42.7
	3#	55.88	55.88	55.96	55.44	55.38	55.33	55.31	55.25	55.54	55.33	55.85
	4#	65.9	65.68	66.08	65.71	65.96	65.89	65.99	65.65	66.06	65.82	65.82
	5#	75.93	76.15	75.96	75.96	75.78	76.36	76.12	75.79	75.75	75.8	75.65
11	1#	32.57	32.55	32.33	32.36	32.22	32.57	32.63	32.36	32.56	32.33	32.68
	2#	42.58	42.44	42.24	42.07	42.56	42.23	42.64	42.35	42.32	42.57	42.49
	3#	55.1	55.54	55.27	55.45	55.27	55.76	55.39	55.26	55.09	55.74	55.29
	4#	66.33	66.5	66.27	66.25	66.34	66.12	66.32	66.4	65.84	66.04	66.25
	5#	76.39	76.46	76.71	76.24	76.52	76.52	76.67	76.49	76.94	76.21	76.16