

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.4—202X

银钨合金化学分析方法 第4部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法

Methods for chemical analysis of Silver-Tungsten alloy—
Part 4: Determination of carbon content—
High frequency combustion with infrared absorption 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 ××××《银钨合金化学分析方法》的第4部分。

——第1部分：银含量的测定 电位滴定法；

——第2部分：钨含量的测定 钨酸铵重量法；

——第3部分：钴、铬、铜、镁、铁、钾、钠、锡、镍、硅、锌含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第4部分：碳含量的测定 高频加热红外吸收法。

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、国标（北京）检验认证有限公司、北矿检测技术有限公司、贵研铂业股份有限公司、广东省工业分析检测中心、江西省汉氏贵金属有限公司、有研亿金新材料有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司、紫金铜业有限公司、河南中原黄金冶炼厂有限责任公司、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。

本文件主要起草人：白伟华、王长华、贾国斌、付鹏飞、韩维儒、张博、李涛、陈小兰、庄艾春、孙祺、汪原伊、郁丰善、阮桂色、徐晓艳、林翠芳、刘凯、郭飞、鲍叶琳、廖彬玲、王凤荣、周恺、孙宝莲等。

引 言

银钨合金是由银和钨组成的假合金, 银和钨的二元合金。银钨合金硬度高, 抗电弧侵蚀、抗黏着和抗熔焊的能力强。广泛应用于耐高温材料、高压开关用电工合金、电加工电极、微电子材料, 做为零部件和元器件广泛应用于航天、航空、电子、电力、冶金、机械、体育器材等行业。碳元素是银钨合金中的气体杂质元素, 其含量多少直接影响材料的机械性能。准确测定银钨合金中碳元素的含量对于研究材料理化性能、改进制备工艺、把控产品质量具有十分重要的支撑作用。

目前国家和相关行业已经颁布实施了银钨合金的产品标准, 为 GB/T 8320-2017《铜钨及银钨电触头》, 目前没有针对银钨合金的检测标准。因此, 建立一套针对银钨合金、符合其含量范围的标准, 对于研究其材料的理化性能、改进制备工艺、把控产品质量, 以及银钨合金废料的回收利用具有十分重要的意义。

YS/T XXXX 拟由以下 4 个部分组成:

- 第 1 部分: 银含量的测定 电位滴定法;
- 第 2 部分: 钨含量的测定 钨酸铵重量法;
- 第 3 部分: 钴、铬、铜、镁、铁、钾、钠、锡、镍、硅、锌含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 4 部分: 碳含量的测定 高频加热红外吸收法。

本文件填补了国内外在银钨合金化学成分检测领域的空白, 对于把控银钨合金的产品质量、完善其研发和生产工艺具有积极的指导意义。

银钨合金化学分析方法

第 4 部分：碳含量的测定

高频燃烧红外吸收法

1 范围

本文件规定了银钨合金中碳含量的测定方法。
本文件适用于银钨合金中碳含量的测定。测定范围：0.0020%~0.20%。

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 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

利用气体 CO_2 对红外线具有选择吸收的原理进行碳元素的定量分析。试料在陶瓷坩埚中，通入氧气经高频感应加热燃烧，试料中的碳氧化生成 CO_2 。经氧气载流送入检测单元， CO_2 吸收红外能量，因而检测单元接受的能量减少，根据红外能量的衰减变化与被测气体浓度间的关系可以确定被测气体的浓度，进而求出试样中 C 元素的含量，分析结果以质量分数直接显示。

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。

- 5.1 纯铁助熔剂： $w(\text{C}) < 0.0005\%$ 。
- 5.2 钨锡助熔剂： $w(\text{C}) \leq 0.0008\%$ ，其中锡含量 10%~15%。
- 5.3 丙酮或其他有机溶剂。
- 5.4 含碳标准物质（或标准样品）：与待测试样含碳量相近的同类物质。
- 5.5 氧气（体积分数不小于 99.5%）。
- 5.6 高氯酸镁：无水，粒状或片状。
- 5.7 烧碱石棉：粒状。
- 5.8 石英棉。

5.9 稀土氧化铜。

5.10 陶瓷坩埚：使用前应在高温炉中高于 1100℃ 温灼烧 4 h 或通氧灼烧通氧灼烧约 2 小时，冷却后保存在干燥器中备用。

6 仪器设备

高频燃烧红外吸收碳硫测定仪。

7 试料制备

样品经过机械加工成屑状，加工过程中应除去表皮并防止污染，必要时用丙酮清洗。

8 试验步骤

8.1 仪器预热

仪器分析前要充分预热，按仪器使用说明书调试检查仪器，确认正常后，启动仪器，使仪器处于正常稳定状态。

8.2 仪器检漏

利用仪器检漏程序或其他辅助设备进行漏气检查，确定仪器无漏气现象。

8.3 空白试验

依次称取 0.5g（精确至 0.1g）纯铁助熔剂（5.1）和 1.2g（精确至 0.1g）钨锡助熔剂（5.2）置于陶瓷坩埚（5.10）内，于同一量程或通道，按 8.7 进行测定。重复测定直到读数比较稳定为止。记录比较稳定一致的 3~5 次读数，计算平均值，然后进行空白检测或空白补偿。空白值极差 $\leq 0.0005\%$ ，空白值 $\leq 0.0003\%$ 。

8.4 仪器校准

选择碳含量大于待测试料的有证标准物质来校正仪器。在选定的通道上按 8.7 操作规范进行 3~5 分析，选取测量值在标准物质允许误差范围内的结果对系统进行单点曲线校正，得出校正系数。再用与试料碳含量相近的标准物质进行验证，在其允许差范围内方可进行试样分析。

8.5 试料称取

称取 0.30~0.50g 试料，精确至 0.0001 g。

8.6 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

8.7 测定

将称取的试料置于预先盛有 0.5g（精确至 0.1g）纯铁助熔剂（5.1）的坩埚（5.10）内，覆盖 1.2g（精确至 0.1g）钨锡助熔剂（5.2），钳取坩埚置于炉台座上，开始分析并读取结果。

9 精密度

9.1 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。

表 1 重复性限

<i>w_C</i> /%	0.0027	0.0108	0.104	0.190
<i>r</i> /%	0.0006	0.0014	0.014	0.023

9.2 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。精密度试验原始数据参见附录A。

表 2 再现性限

<i>w_C</i> /%	0.0027	0.0108	0.104	0.190
<i>R</i> /%	0.0008	0.0025	0.016	0.023

10 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 10 家实验室对碳含量的 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碳含量在重复性条件下独立测定 7 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	测定次数						
		1	2	3	4	5	6	7
1	合成样 1	0.00270	0.00263	0.00240	0.00280	0.00231	0.00271	0.00248
	合成样 2	0.00996	0.01000	0.00982	0.01040	0.00977	0.00970	0.01050
	合成样 3	0.0974	0.1080	0.1050	0.1040	0.1050	0.1120	0.1050
	合成样 4	0.180	0.195	0.179	0.170	0.187	0.191	0.195
2	合成样 1	0.00340	0.00352	0.00262	0.00345	0.00355	0.00307	0.00288
	合成样 2	0.01170	0.01250	0.01130	0.01140	0.01090	0.01080	0.01210
	合成样 3	0.0988	0.0949	0.0967	0.0954	0.1080	0.0998	0.1050
	合成样 4	0.186	0.182	0.196	0.190	0.187	0.191	0.189
3	合成样 1	0.00282	0.00241	0.00269	0.00258	0.00243	0.00244	0.00245
	合成样 2	0.0118	0.0110	0.0112	0.0111	0.0110	0.0122	0.0114
	合成样 3	0.0949	0.0961	0.0954	0.1020	0.0971	0.0972	0.104
	合成样 4	0.182	0.217	0.201	0.190	0.203	0.186	0.182
4	合成样 1	0.00271	0.00265	0.00255	0.00280	0.00261	0.00274	0.00264
	合成样 2	0.00984	0.00989	0.00992	0.00979	0.00964	0.00981	0.00987
	合成样 3	0.0998	0.1030	0.1040	0.1090	0.1140	0.1120	0.1070
	合成样 4	0.194	0.191	0.184	0.187	0.189	0.199	0.194
5	合成样 1	0.00249	0.00282	0.00248	0.00233	0.00274	0.00249	0.00252
	合成样 2	0.01110	0.01080	0.01010	0.01100	0.01020	0.01010	0.00990
	合成样 3	0.1080	0.0998	0.0990	0.0990	0.1080	0.0989	0.0974
	合成样 4	0.190	0.197	0.190	0.187	0.197	0.195	0.198
6	合成样 1	0.00375	0.00405	0.00356	0.00368	0.00327	0.00354	0.00416
	合成样 2	0.0115	0.01110	0.01150	0.01160	0.01220	0.01150	0.01210
	合成样 3	0.1070	0.1030	0.0980	0.1070	0.1060	0.1020	0.1110
	合成样 4	0.186	0.196	0.190	0.182	0.193	0.196	0.195
7	合成样 1	0.00278	0.00275	0.00281	0.00269	0.00272	0.00283	0.00290
	合成样 2	0.01182	0.01221	0.01136	0.01093	0.01334	0.01227	0.01132
	合成样 3	0.1056	0.1089	0.0966	0.1134	0.1119	0.1077	0.1122
	合成样 4	0.181	0.185	0.178	0.192	0.197	0.185	0.183

表A. 1（续）

实验室	样品水平	测定次数						
		1	2	3	4	5	6	7
8	合成样 1	0.00248	0.00239	0.00255	0.00274	0.00265	0.00249	0.00270
	合成样 2	0.00995	0.00989	0.01020	0.00979	0.00998	0.00986	0.01010
	合成样 3	0.0998	0.1080	0.1090	0.1020	0.0994	0.1040	0.1100
	合成样 4	0.185	0.194	0.188	0.178	0.196	0.192	0.172
9	合成样 1	0.00515	0.00507	0.00499	0.00506	0.00525	0.00531	0.00508
	合成样 2	0.01110	0.01090	0.01040	0.01080	0.01010	0.01100	0.01020
	合成样 3	0.1120	0.1060	0.1070	0.1130	0.1130	0.1050	0.0999
	合成样 4	0.192	0.190	0.197	0.203	0.187	0.208	0.201
10	合成样 1	0.00271	0.00283	0.00291	0.00243	0.00283	0.00242	0.00289
	合成样 2	0.01050	0.01120	0.01070	0.00995	0.01040	0.00961	0.01160
	合成样 3	0.0951	0.1130	0.1060	0.0979	0.1080	0.1110	0.0984
	合成样 4	0.186	0.197	0.171	0.185	0.172	0.191	0.183
