

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX—20XX

银钨合金化学分析方法
第3部分：钴、铬、铜、镁、铁、钾、钠、锡、
镍、硅、锌含量的测定

Methods for chemical analysis of silver tungsten alloys
Part 3: Determination of cobalt, chromium, copper, magnesium, iron, potassium,
sodium, tin, nickel, silicon and zinc-
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

(送审稿)

20XX-XX-XX发布

20XX-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。

本文件为 YS/T ××××《银钨合金化学分析方法》的第3部分。YS/T ××××《银钨合金化学分析方法》分为以下几个部分：

- 第1部分：银钨合金化学分析方法 第1部分：银含量的测定 电位滴定法
- 第2部分：银钨合金化学分析方法 第2部分：钨含量的测定 钨酸铵重量法
- 第3部分：银钨合金化学分析方法 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：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

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：XXX

本文件主要起草人：XXX

引 言

银钨合金具有微观硬度高、组织均匀、耐高温、耐电弧烧蚀、密度大等优良特性等诸多优点，银钨合金已经被广泛应用于航空航天、电子、电力、冶金、机械、体育器材等领域。研究表明，银钨的理化性能与其化学成分之间有着密切关系。目前缺乏与之相配套的化学分析方法标准；且自该产品标准发布、实施以来，行业内对银钨化学分析方法的研究日趋完善，经验逐渐积累。因此，建立一套针对银钨合金化学成分的分析方法标准是十分必要且条件成熟的。

本文件拟由 4 部分组成。

- 第 1 部分：银钨合金化学分析方法 第 1 部分：银含量的测定 电位滴定法
- 第 2 部分：银钨合金化学分析方法 第 2 部分：钨含量的测定 钨酸铵重量法
- 第 3 部分：银钨合金化学分析方法 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：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

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3部分：钴、铬、铜、镁、铁、钾、钠、锡、镍、硅、锌含量的测定

1 范围

本文件规定了电感耦合等离子体发射光谱法测定银钨合金中钴、铬、铜、镁、铁、钾、钠、锡、镍、硅、锌含量的方法。

本文件适用于银钨合金中钴、铬、铜、镁、铁、钾、钠、锡、镍、硅、锌含量的测定。测定范围见表1。

表1 测定范围

元素	测定范围 w/%
钴	0.0050~2.00
铬	0.0050~2.00
铜	0.0050~0.10
铁	0.0050~0.10
钾	0.0050~0.10
钠	0.0050~0.10
镍	0.0050~2.00
硅	0.0050~0.050
镁	0.0050~2.00
锡	0.0050~2.00
锌	0.0050~2.00

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 方法提要

试料经硝酸、氢氟酸溶解后，以硼酸、盐酸分离基体，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪，于推荐的分析线波长处测定各元素含量。

5 试剂

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规定的一级水及以上纯度的水。

5.1 氢氟酸 ($\rho=1.16\text{ g/mL}$)。

5.2 硝酸 ($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。

5.3 盐酸 ($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。

5.4 硼酸饱和溶液。

5.5 单元素标准贮存溶液：采用国内外可以量值溯源的有证标准物质，其质量浓度为 $1000\mu\text{g/mL}$ 。

5.6 混合标准溶液 A：分别移取 10.00mL 钴、铬、铜、镁、镍、锌单元素标准贮存溶液 (5.5) 置于 100mL 容量瓶内，加入 5mL 硝酸(5.2)，加入水稀释至刻度，摇匀，此溶液 1mL 含各元素均为 $100\mu\text{g}$ 。

5.7 混合标准溶液 B：移取 10.00mL 铁、钾、钠、锡、硅单元素标准贮存溶液 (5.5) 置于 100mL 容量瓶内，加入 5mL 硝酸(5.2)和 1mL 氢氟酸 (5.1)，加入水稀释至刻度，摇匀，此溶液 1mL 含各元素均为 $100\mu\text{g}$ 。

6 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

——200 nm 时光学分辨率不大于 0.007 nm；400 nm 时光学分辨率不大于 0.020 nm。

推荐的分析谱线见表2。

表 2 推荐的分析谱线

元素	波长/nm
Co	238.892
Cr	267.716
Cu	327.395
Mg	279.553
Fe	238.204
K	766.491
Na	589.592、588.995
Sn	189.925、283.998
Ni	231.604
Si	251.611
Zn	213.857

7 样品

样品分析前应在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘干 2 h，并置于干燥器中冷却至室温。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.2g 样品 (7)，精确至 0.0001g。

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 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL 硝酸 (5.2) 和 1mL 氢氟酸 (5.1) 低温加热至溶液清亮，向溶液中缓慢加入 10mL 硼酸饱和溶液 (5.4) 和 1mL 盐酸 (5.3)，再低温加热至沸腾 3min~5min，取下冷却至室温。将试液移入 100mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，干滤，待测。

8.4.2 移取 10.00 mL 试液 (8.4.1)，置于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸 (5.2)，以水稀释至刻度，混匀。

8.4.3 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪 (6) 上，按表 2 推荐的分析谱线测定空白试液 (8.3) 和试液 (8.4.1 或 8.4.2) 中钴、铬、铜、镁、铁、钾、钠、锡、镍、硅、锌的激发强度。

注：当钴、铬、镍、镁、锡、锌含量大于 0.40% 时，应按试验步骤 (8.4.2) 进行稀释。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 工作曲线的配制

移取 0mL、0.20mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、5.00mL、10.00mL 混合标准溶液 A (5.6) 和混合标准溶液 B (5.7)，分别置于一系列 100mL 塑料容量瓶中，各加 5mL 硝酸 (5.2)，用水稀释至刻度，摇匀。根据实际情况可适当增加或调整标准曲线的标准点。

8.5.2 测定

于电感耦合等离子体原子发射光谱仪 (6) 上，在选定的分析谱线处，测量系列标准溶液中被测元素的发射强度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液中被测元素的发射强度，以被测元素的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 分析结果的计算

各待测元素的含量以各待测元素质量分数 w_x 计，按式 (1) 计算：

$$w_x = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ —测得试料溶液中杂质元素的浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

ρ_0 —测得空白试液中杂质元素的浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

V —试料溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

m —试料的质量，单位为克 (g)。

计算结果保留两位有效数字。根据 GB/T 8170 进行数值修约。

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，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3 重复性限

元素	w/%	r/%
Co	0.0048	0.0004
	0.10	0.0070
	0.50	0.016
	1.05	0.049
	2.03	0.060
Cr	0.0050	0.0006
	0.10	0.0060
	0.50	0.021
	1.04	0.060
	2.04	0.080
Cu	0.0048	0.0005
	0.11	0.0010
	0.049	0.0027
	0.10	0.011
	2.00	0.092
Mg	0.0052	0.0006
	0.10	0.0070
	0.50	0.023
	1.04	0.065
	2.00	0.080
Fe	0.0052	0.0005
	0.011	0.0010
	0.050	0.0029
	0.10	0.0070
K	0.0052	0.0007
	0.10	0.0011
	0.051	0.0026
	0.11	0.011
Cu	0.0048	0.0005
	0.11	0.0010
	0.049	0.0027
	0.10	0.011
	2.00	0.092

元素	w/%	r/%
Na	0.0052	0.0004
	0.010	0.0010
	0.050	0.0037
	0.10	0.0090
Sn	0.0050	0.0007
	0.10	0.00070
	0.51	0.022
	1.04	0.060
Ni	2.04	0.070
	0.0049	0.0004
	0.10	0.0007
	0.51	0.019
Si	1.03	0.060
	2.04	0.080
	0.0053	0.0005
	0.011	0.0012
Zn	0.031	0.0030
	0.062	0.0047
	0.0050	0.0006
	0.10	0.0070
	0.50	0.024
Zn	1.05	0.054
	2.04	0.16

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4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4 再现性限

元素	w/%	R /%
Co	0.0048	0.0007
	0.10	0.014
	0.50	0.027
	1.05	0.13
	2.03	0.16
Cr	0.0050	0.00070
	0.10	0.011
	0.50	0.022
	1.04	0.080
	2.04	0.16

元素	w/%	R/%
Cu	0.0048	0.0011
	0.011	0.0021
	0.049	0.012
	0.10	0.076
Mg	0.0052	0.0009
	0.10	0.012
	0.50	0.035
	1.04	0.078
	2.00	0.13
Fe	0.0052	0.0006
	0.011	0.0015
	0.050	0.0033
	0.10	0.010
K	0.0052	0.0012
	0.010	0.0015
	0.051	0.0047
	0.11	0.017
Na	0.0052	0.0009
	0.010	0.0015
	0.050	0.0053
	0.10	0.016
Sn	0.0050	0.0011
	0.10	0.010
	0.51	0.033
	1.04	0.070
	2.04	0.10
Ni	0.0049	0.0007
	0.10	0.016
	0.51	0.050
	1.03	0.10
	2.04	0.17
Si	0.0053	0.0007
	0.011	0.0017
	0.031	0.0035
	0.062	0.0054
Zn	0.0050	0.0007
	0.10	0.010
	0.50	0.024
	1.05	0.11
	2.04	0.24

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 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。