贵金属合金元素分析方法

第19部分：钇含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

编制说明

**（送审稿）**

贵研检测科技（云南）有限公司

云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司

**2024年4月**

**一.工作简况：**

1. **任务来源**

根据2021年2月8日，全国有色金属标准技术委员会关于下达标准计划及相关标准外文版计划的通知，标准《贵金属合金元素分析方法 第19部分：钇含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》修订项目由全国有色金属标准化技术委员会归口，计划号：2021-0403T-YS，项目时间节点为：2023年11月-12月，样品制备，数据整理、撰写实验报告、标准编制说明、标准稿等；2024年1月，寄出验证样品，撰写标准编制说明；2024年2月，验证数据的汇总、整理；2024年3月，进行预审并进行补充试验，标准编制说明、标准稿修改；2024年4月，进行审定；2024年6月，提交报批稿。标准起草单位为：贵研检测科技（云南）有限公司、北矿检测技术股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、贵研资源（易门）有限公司、江西省君鑫贵金属科技材料有限公司、中宝正信金银珠宝首饰检测有限公司、金川集团、紫金矿业集团股份有限公司、河南中原黄金冶炼厂有限责任公司、云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司。

因公司发展需要，贵研铂业股份有限公司已更名为云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司，更名事宜于 2023 年12月8日通过上市公司股东大会审议，2023 年12月12日完成工商变更，并取得新的营业执照，故贵研铂业股份有限公司单位名称变更为云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司。又因云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司检测中心的人员纳入贵研检测科技（云南）有限公司管理，固改第一起草单位为贵研检测科技（云南）有限公司。

**（二）主要参加单位和工作成员及其所作的工作**

2.1 主要参加单位情况

标准主编单位贵研检测科技（云南）有限公司在标准的编制过程中，积极主动收集国内外的有关贵金属合金产品标准及分析标准，根据收集到的标准开展试验，编写现场试验过程报告模板，编制实测数据统计表，公司能够带领编制组成员单位认真细致修改标准文本，征求修改意见，并积极参加标准调研工作，对负责标准中检测范围及测定元素内容编写把关，最终带领编制组完成标准的编制工作。云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司提供实验样品。

各验证单位，积极参加标准调研工作，针对标准的讨论稿和征求意见稿提出修改意见，主要负责标准中检测范围文本内容编写把关。10家验证单位针对贵研检测科技（云南）有限公司提供的银钇合金试料对分析条件试验、加标回收、精密度进行可靠的数据分析确定，承担标准中的试验验证工作，为标准技术要求提供有力保障。

2.2 主要参加单位情况

本标准主要起草人及工作职责见表1。

表1 相关人员负责工作职责

|  |  |
| --- | --- |
| 起草人员名单 | 工作职责 |
| 汪原伊 、孙祺 | 负责标准组织协调、标准的编写、试验方案确定 |
| 金娅秋、赵万春、陈国华 | 双方项目总负责人、标准的工作指导及组织协调、  标准条款内容编写及把关 |
| 何姣 | 方法试验测试、方法比对 |
| 杨辉 | 样品制备 |
| 任晨阳、刘宇、李娜、胡梦桥、王浩莹、谢丽芳、肖刘萍、韩继标、陈丽华、杨泉、郁丰善、黄庆、刘振江、罗荣根、简莉婷、林翠芳、刘成祥、陈晓科、李力 | 标准方法的试验验证 |

**（三）主要工作过程**

1 预研阶段

1.1标准调研

2019年9月，由全国有色金属标准化技术委员会发函组织标准编制组单位讨论技术要求，并征求相关企业意见，由主编单位整理后初步形成草案稿。

1.2标准工作会议

由全国有色金属标准化技术委员会组织召开标准工作会议，会议对贵研检测科技（云南）有限公司、云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司为主编单位提出修订《贵金属合金元素分析方法 第19部分：钇含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》行业标准计划进行认真讨论，并提出进一步修改意见。

2 立项阶段

2019年11月,贵研检测科技（云南）有限公司、云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司向全国有色金属标准化技术委员会提交了《贵金属合金元素分析方法 第19部分：钇含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》行业标准项目建议书、立项报告及标准草案等材料，全体委员会讨论论证同意该行业标准立项。

2021年2月，工业和信息化部下达了修订《贵金属合金元素分析方法 第19部分：钇含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》行业标准的任务，计划号为2021-0403T-YS，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

3 起草阶段

3.1标准进度汇报及进度协调会

2023年11月全国有色金属标准化技术委员会在云南省昆明市召开了标准项目任务落实会议，会议对《贵金属合金元素分析方法 第19部分：钇含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》行业标准项目计划进行了任务落实。

2023年12月贵研检测科技（云南）有限公司、云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司定期开展标准进度汇报及进度协调会，会议汇报标准的完成情况及需要协调问题，在本标准的试验过程中，针对银钇合金进行了样品熔炼，对试样进行精密度及交表回收率实验；金镍钇合金及银镍钇合金中钇的测定采用在纯金、纯银中加入等量纯镍，及加入低、中、高含量的钇元素合成样方法来计算方法的精密度与回收率。于2024年1月形成了标准讨论稿及编制说明。各位成员配合验证把关，及时修改讨论稿，形成标准征求意见稿。

3.2验证样品发放及数据反馈

2024年1月，标准主编单位向验证单位发放验证样品及征求意见稿。在本标准的试验过程中，采用AgY0.7 样品做加标回收试验；AgY0.7、AgY2.2、AgY4.2三个牌号样品做精密度试验来计算方法的准确度及重复性、再现性。根据验证单位返回的数据，于2024年3月形成了标准预审稿Ⅰ。

4 征求意见阶段

4.1 标准征求意见会议

2024年3月，贵研检测科技（云南）有限公司以电子邮件、电话、微信等形式征求验证单位意见，根据验证单位意见及试验数据，形成预审稿Ⅱ。

4.2 标准发函征求意见

2024年3月通过网络、微信和电子邮件等方式在全国开展征求意见意见工作，对15家相关研究院所、生产企业、下游用户以及第三方检测机构进行了征求意见，发送《征求意见稿》的单位数15个，收到《征求意见稿》后，回函的单位数15个，回函并有建议或意见的单位数8个。编制组单位根据回函意见，对预审稿进行了修改和完善，并于2024年4月形成了送审稿。

5 审查阶段

2024年4月24日～4月27日，在湖南省长沙市召开了行业标准《贵金属合金元素分析方法 第19部分：钇含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》审定会，根据与会专家及企业代表认真研究及讨论，形成审定会纪要，并在会议上经过专家审议通过，根据审定会纪要，编制《贵金属合金元素分析方法 第19部分：钇含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》的报批稿及其编制说明。

6 报批阶段

2024年x月，标准修订工作组根据审查会提出的修改意见和建议对标准进行了进一步的修改整理，形成了本标准的报批稿。报标委会秘书处。

**二、标准编制原则**

修订本标准的原则是以能满足金、银合金中次成分钇含量的准确、快速测定要求为基础，原标准YS/T 372.19-2006《贵金属合金元素分析方法 第19部分：钇含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》，标准仅针对金镍钇合金，钇含量在0.1%～1.6%范围内的测定，采用分光光度法，分离基体后，试液中的钇与偶氮氯膦Ⅲ定量进行显色反应来测定钇量，分析操作繁琐，且偶氮氯膦Ⅲ显色试剂与稀土等元素都能形成蓝色络合物；且目前电感耦合等离子体发射光谱仪已成为实验室常规的分析仪器，针对金镍钇合金中钇量的测定，电感耦合等离子体发射光谱法测定准确度更高。故，拟修订原标准测定方法，及适用范围，使标准方法更稳定精确，有利于推动合金综合技术发展，及快速高效的满足交易。这使得贵金属产品标准通过更完全，更稳定、更准确的方式推动整个贵金属合金综合技术健康良好的可持续性发展；同时保证产品质量，指导公平、公正交易，维护、促进贵金属贸易经济的重要依据；同时也是回收技术过程产品及最终产品质量控制的重要保障。

修订包括：

1.更改原标准中测定的方法，将分光光度法测定钇量修订为电感耦合等离子体发射光谱法测定钇，使标准方法更稳定精确。

2.更新了合金材料的适用性，在原标准适用于金镍钇合金基础上，增加了银镍钇、银钇合金中钇的测定，使标准的应用更广泛。

3.对测定范围扩展，能完全覆盖当前国内外贵金属合金产品的需求；由0.1%～1.4%修改为0.50%～5.00%。

**三、标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析**

1.试验验证对象：AuNiY、AgNiY、AgY

2.试验方法确定：金合金试料用盐酸-硝酸混酸溶解，盐酸联氨还原分离金；银合金试料用硝酸溶解，盐酸沉淀分离银，在盐酸介质中，采用直接法或内标法，于电感耦合等离子体发射光谱仪上测定，计算钇的质量分数。

3.仪器工作条件：

Avio500型电感耦合等离子体发射光谱仪(美国PE公司）。

直接法测定参数见表2.

内标法测定中：保持观测高度为线圈上方15mm和泵提升速度为1.5mL/min不变，改变分析功率(1.1～1.3 kw)、辅助气流量(0.15～0.3L/min)、载气流量(0.7～0.9L/min)。观测在钇元素分析线的波长处，考察上述参数的变化，结果表明：改变载气流量时雾化器实际压力对测定稳定性变化很大。所以选择仪器最佳工器工作条件变动见表2。

**表2 仪器工作参数**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 直接法 | | | | | | | |
| 功率  （W） | 雾化室气流量(L/min） | 观测高度  （mm） | 泵流量  （mL/min） | 等离子体流量(L/min） | 辅助气体流量(L/min） | 积分  时间(s） | 观测方式 |
| 1300 | 0.55 | 15 | 1.00 | 15 | 0.2 | 5 | 径向 |
| 内标法 | | | | | | | |
| 功率  （W） | 雾化室气流量(L/min） | 观测高度  （mm） | 泵流量  （mL/min） | 等离子体流量(L/min） | 辅助气体流量(L/min） | 积分  时间(s） | 观测方式 |
| 1200 | 0.55 | 15 | 1.00 | 15 | 0.8 | 5 | 径向 |

4.试液制备：

金合金试料：将金合金试料通过王水溶解，赶硝处理后，取下，加入2mL盐酸，用水润洗表面皿及杯壁，使总体积约30mL。在搅拌下滴加4滴盐酸联氨至还原反应完全，低温加热至微沸，再保温30min，间隔10min搅拌沉淀一次(若间隔第一个10min，搅拌后溶液仍呈淡黄浑浊液体，补1滴盐酸联氨)，使金凝聚，溶液澄清。取下冷却。先将上清液移入容量瓶中；沉淀留于原烧杯，每次用5mL热盐酸(1+1)，洗涤杯壁及沉淀两次，洗液合并入容量瓶中。

银合金试料：将银合金试料用硝酸溶解后，用水润洗表面皿及杯壁约30mL，搅拌下缓慢滴加5mL盐酸 (2.2)，加入速度约0.12mL/s～0.17 mL/s(极慢速滴加并持续搅拌)，使沉淀颗粒细小、溶液澄清。低温加热至微沸，再保温30min，保温过程中每隔10min搅拌沉淀一次，取下冷却。先将上清液移入容量瓶中；沉淀留于原烧杯，每次用2.5mL热盐酸(1+1)，洗涤杯壁及沉淀两次，洗液合并入容量瓶中。

当钇含量为0.50%～2.00%时，金、银合金试料待测液用水稀释至刻度，混匀，直接测定法测定；当钇含量≥2.00%～5.00%时，在金、银合金试料待测液中加入1mL铟内标(含铟2.0mg/mL)，用水稀释至刻度，混匀，内标测定法测定。

其中试液制备的设计编制依据为：

a.分离基体：金合金还原试剂选择（盐酸联氨和亚硫酸），通过试验比对测试，考虑内标法标准液体系一致性，选择盐酸联氨；银合金则需注意氯化银沉淀的吸附性，通过试验发现，加入盐酸的量与速度比，能影响沉淀团聚形态，吸附性主要由沉淀包裹产生，因严格控制操作步骤，本方法选择0.12mL/s～0.17 mL/s的滴入速度，在持续搅拌下，使氯化银沉淀颗粒细小松散。能保准测定准确。

b.分离后待测溶液中待测元素钇损失情况：试验测试了沉淀形成后的持续吸附效果及分离沉淀与澄清待测液的方式，通过试验比对，及采纳一验验证单位：郴州市产商品质量监督检验所提出建议，补充实验条件，本方法分离沉淀的方式不采用漏斗式过滤，并采用1:1热盐酸洗沉淀2次(每次5mL)取得待测液。

5.试剂酸度使用设计依据：

通过试验发现，待测液中试剂种类及浓度因尽可能与标准液匹配（特别是内标法）：

a.金合金试液，步骤中硝酸已赶尽，仅考虑还原试剂选择与用量，选用亚硫酸还原金需加入约10mL，并反应引入了标准溶液中没有的硫酸根离子，引起铟内标测定波动，从而影响待测元素钇的准确测定；选用盐酸联氨（实验中称0.1g金合金3滴N2H4•2HCl就能反应完全；0.2g需4~5滴），试验测试最大量滴入10滴盐酸联氨，铟内标与待测钇含量均能稳定准确测定。

b. 银合金试液，用3mL硝酸溶解，盐酸沉淀，在控制盐酸浓度与标准液一致性的情况下，测试硝酸酸度影响，实验中最大量测试了加入5mL硝酸，铟内标与待测钇含量均能稳定准确测定。其中一验验证单位：北矿检测技术股份有限公司提出建议，“方法中银合金溶样仅涉及硝酸试剂，但无硝酸用量变化，是否需增加试验”。不补充，因为方法仅用3mL硝酸溶解，试验测试用量为5mL，已能说明本方法中，铟内标与待测钇含量均能稳定准确测定。

6.考察共存元素干扰及分析谱线选择：

本方法采用沉淀分离法，去除基体(金基、银基)干扰，仅考虑其他共存元素影响。试验考察了常见共存元素Ni、Cu对待测元素Y和内标元素In的影响，数据表明除金、银基体后，Ni、Cu含量<20%时，不影响测定准确度。

7.工作标准级差溶液设计依据

a.直接法：

**表3标准级差点配置**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准序号 | STD-0 | STD-a | STD-b | STD-c | STD-d | STD-e | STD-f | 考察组标号 |
| Y浓度 | 0 | 0.10 | 1.00 | 10.00 | 50.00 | / | / | ① |
| 0 | 0.50 | 5.00 | 10.00 | 20.00 | 40.00 | 50.00 | ② |

两组不同级差点设计，再微积分算法下绘制出的计算面积精细度上有差异，对于含量越高的测定，影响越明显，表现为波峰波形微小的变形，就使得计算面积“几何化缺失”，使得测定值显得“不稳定，波动大”，甚至计算不准确。试验表明：根据样品测定浓度，应着重绘制在待测液浓度测定浓度值区间段上的点，从而使计算面积更精确，测定更准确。从而选择第二组标准溶液级差组更准确可靠。

b.内标法:

选用铟作为内标，发挥内标控制测定的优势作用，对于连续大批量测定，可通过In的时测浓度，判断仪器测定的稳定性，校正待测钇元素的测定计算。

8.直接法、内标法选择依据：

直接法：测定浓度>25mg/L时，连续测定不稳定，不建议直接法测定；内标法：测定浓度<40mg/L时，测定算法比直接法测定增加铟内标测定误差、波动的计算调整，即待测钇与铟内标的测定浓度为同级别情况下，直接法测定更准确。

试验数据表明：a.钇含量≥ 4%直接法测定值不稳定，连续测定时偏高；b.钇含量≥ 2%~4%：在仪器不连续测定及仪器稳定下，两种方法都准确，但在连续批量测定时，直接法测定值会随机或渐进式偏高。

所以，本文设计测定钇含量≥ 2%~5%选用内标法；<2%直接法测定即可。

9.稀释直接法与内标法比对

一验验证单位：郴州市产商品质量监督检验所提出，“对AgNiY5样品按方法进行前处理定容后，样品试液稀释5倍，采用直接法测定，结果与内标法所得数据吻合。”证明本文方法可靠。

10 AgY准确度

10.1 AgY精密度

选取Y含量不同的3个银钇样品，按照实验步骤对每个样品处理测定 11份，计算平均值、标准偏差、相对标准偏差。实验结果见表12。AgY精密度在1.09%～2.23%。

**表4 AgY精密度试验** 单位：%

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Y(%) | | |
| 样品编号 | 1# | 2# | 3# |
| 范围/% | 0.06~0.08 | 2.0~2.3 | 4.1~4.3 |
| 测定值/% | 0.691 | 2.121 | 4.314 |
| 0.716 | 2.080 | 4.173 |
| 0.719 | 2.157 | 4.207 |
| 0.697 | 2.259 | 4.189 |
| 0.703 | 2.190 | 4.247 |
| 0.708 | 2.200 | 4.221 |
| 0.704 | 2.202 | 4.167 |
| 0.696 | 2.154 | 4.186 |
| 0.695 | 2.145 | 4.280 |
| 0.715 | 2.195 | 4.199 |
| 0.707 | 2.201 | 4.211 |
| 平均值 | 0.705 | 2.173 | 4.218 |
| 标准偏差 | 0.0092745 | 0.048378 | 0.045900 |
| RSD | 1.32% | 2.23% | 1.09% |

10.2 AgY加标回收率

平行称取0.1g(精确至0.00001g)1#银钇样品3份，根据试验方法加入10mg/L、20mg/L、40mg/L标准溶液，作加标回收试验，测定计算加入回收率。实验结果见表13。

注：【!!!应注意的问题，如果做加标试验中，加标溶液为盐酸介质，应先将氯化银沉淀完全后加入；若为硝酸介质，因混匀后严格慢速滴入盐酸搅拌，使沉淀颗粒细小、松散。】

**表5 AgY加标回收试验**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| AgY-1# | 加入量10mg/L | | | 加入量20mg/L | | | 加入量40mg/L | | |
| 称样量g | 0.13061 | 0.13271 | 0.13177 | 0.13109 | 0.13153 | 0.13206 | 0.12965 | 0.12197 | 0.12969 |
| 理论加入量% | 0.7656 | 0.7535 | 0.7589 | 1.5257 | 1.5206 | 1.5145 | 3.0852 | 3.2796 | 3.0843 |
| 测定值% | 1.502 | 1.482 | 1.478 | 2.249 | 2.259 | 2.238 | 3.883 | 4.023 | 3.843 |
| 本底值 | 0.7046 | | | | | | | | |
| 实际加标量% | 0.7978 | 0.7776 | 0.7731 | 1.5445 | 1.5541 | 1.5336 | 3.1780 | 3.3179 | 3.1381 |
| 加标回收率% | 104.20 | 103.20 | 101.87 | 101.24 | 102.21 | 101.26 | 103.01 | 101.17 | 101.74 |

注；1.理论加入量=加标量(10mg/L、20mg/L、40mg/L)•体积/称样量/10000；

2.本底值为1#样11份精密度的平均值；

3.实际加入量=测定值-本底值；

4.加标回收率= (实际加入量/理论加入量)%。

结果表明，本试验条件下，AgY加标回收率为(101.24~104.20)%，有较好的回收率。

11 AgNiY、AuNiY准确度

AgNiY、AuNiY合金采用合成样的形式：配制成3个样品(AuNiY0.5、AuNiY2、AuNiY5)；(AgNiY0.5、AgNiY2、AgNiY5)，按照分析步骤对每个样品测定 11份，计算平均值、标准偏差、相对标准偏差及加表回收率。实验结果见表14。

**表6 AuNiY、AgNiY准确度试验**  单位：%

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试样 |  | 水平数 | n=11 | | | | | | | | | | |
| AgNiY | 测定值 | 0.50% | 0.494 | 0.492 | 0.493 | 0.505 | 0.516 | 0.495 | 0.494 | 0.504 | 0.498 | 0.499 | 0.495 |
| 回收率 | 98.56 | 97.94 | 98.23 | 96.93 | 93.40 | 98.83 | 97.13 | 98.26 | 99.42 | 94.59 | 98.57 |
| 测定值 | 2.00% | 1.935 | 1.931 | 1.975 | 1.950 | 2.004 | 2.003 | 1.992 | 2.077 | 1.970 | 2.001 | 2.000 |
| 回收率 | 97.07 | 95.02 | 93.85 | 97.51 | 98.37 | 98.11 | 97.37 | 100.34 | 97.23 | 97.28 | 100.63 |
| 测定值 | 3.00% | 2.983 | 2.973 | 3.001 | 2.943 | 3.018 | 2.977 |  |  |  |  |  |
| 回收率 | 96.21 | 96.42 | 97.72 | 95.63 | 98.02 | 97.39 |  |  |  |  |  |
| 测定值 | 4.00% | 4.030 | ~~4.112~~ | ~~4.122~~ | ~~4.169~~ | 4.026 | 4.076 | 4.079 |  |  |  |  |
| 回收率 | 94.69 | 97.42 | 97.42 | 98.77 | 97.96 | 97.71 | 97.80 |  |  |  |  |
| 测定值 | 5.00% | 4.97688 | 4.98326 | 4.95015 | 5.10864 | 5.0714 | 5.02492 | 5.09131 | 4.97443 | 5.04955 | 5.06353 | 5.0639 |
| 回收率 | 96.20 | 97.22 | 95.74 | 95.74 | 95.74 | 97.63 | 96.74 | 97.31 | 95.07 | 96.51 | 96.63 |
| AuNiY | 测定值 | 0.50% | 0.502 | 0.495 | 0.492 | 0.495 | 0.500 | 0.505 | 0.500 | 0.494 | 0.502 | 0.497 | 0.506 |
| 回收率 | 98.53 | 96.67 | 94.30 | 96.93 | 102.74 | 95.86 | 106.07 | 97.80 | 100.31 | 96.35 | 94.06 |
| 测定值 | 2.00% | 1.965 | 1.934 | 2.053 | 1.959 | 1.941 | 2.027 | 1.935 | 2.034 | 1.943 | 2.046 | 2.029 |
| 回收率 | 98.40 | 99.65 | 98.47 | 95.58 | 95.00 | 101.32 | 98.98 | 99.17 | 99.37 | 98.66 | 100.68 |
| 测定值 | 3.00% | 3.036 | 3.102 | 2.982 | 3.011 | 3.022 | 3.015 |  |  |  |  |  |
| 回收率 | 98.62 | 100.42 | 99.20 | 96.98 | 98.09 | 98.23 |  |  |  |  |  |
| 测定值 | 4.00% | 4.034 | 4.081 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 回收率 | 97.91 | 98.58 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 测定值 | 5.00% | 5.009 | 4.989 | 4.989 | 5.022 | 4.951 | 4.975 | 5.016 | 5.019 | 4.939 | 4.996 | 4.862 |
| 回收率 | 98.69 | 99.71 | 98.16 | 98.70 | 97.80 | 97.31 | 98.88 | 97.93 | 98.84 | 95.13 | 93.01 |

注：涂色部分数据为内标法测定。

结果表明，本试验条件下: 精密度、回收率较好，满足准确度要求。

AgNiY0.5:测定平均值：0.499%，RSD=1.42%；AgNiY2: 测定平均值：1.985%，RSD=2.04%；AgNiY5: 测定平均值：5.033%，RSD=1.07%;

AuNiY0.5: 测定平均值：0.499%，RSD=0.96%；AuNiY2: 测定平均值：1.988%，RSD=2.47%、 AuNiY5: 测定平均值：4.979%，RSD=0.95%，回收率为93.01%~106.07%

**四、标准中涉及专利的情况**

本标准不涉及专利问题。

**五、预期达到的社会效益等情况**

（一）项目的必要性简述

贵金属具有独特的物理、化学性能，在现代工业、国防建设和高新技术的各个领域中发挥着特殊的作用。其中金、银合金是我国重要的军工和民用产品，也是我公司一直以来重要经济效益的产品之一。随着基础研究加深与科学技术发展，应用日益广泛，促进了贵金属产业技术进步和近代重大新技术发展，为合金改性提供了新思路和新发展。银合金因兼具性能和成本的优势，已经被广泛应用于航空航天、电子、半导体、电力、冶金、机械、体育器材等领域。其中在已有产品中，金合金常用的有：AuNiY。[金](http://baike.baidu.com/view/36077.htm)基添加[镍](http://baike.baidu.com/view/38977.htm)和[钇](http://baike.baidu.com/view/26365.htm)构成[三元合金](http://baike.baidu.com/view/2112551.htm), 钇可显著地提高合金的[耐磨性](http://baike.baidu.com/view/735585.htm)和[再结晶](http://baike.baidu.com/view/533282.htm)温度，适用于轻[负荷](http://baike.baidu.com/view/680020.htm)电接触[材料](http://baike.baidu.com/view/115747.htm)和[电刷](http://baike.baidu.com/view/1058552.htm)材料。银合金常用的有：AgNiY、AgY等。银基添加镍和钇的三元合金、银基添加钇的二元合金中，钇有细化晶粒，固溶强化和弥散强化、改善电性能的作用具有较高强度、接触电阻低而且稳定，抗熔焊、耐磨损和耐电弧烧损能力强，节银，无公害作用。因此，改善更新一套针对金、银合金中加入适量钇的化学成分的分析方法标准是十分必要且条件成熟的。

1. 项目的可行性简述

贵研检测科技（云南）有限公司2010年1月注册成立是贵研铂业全资子公司（现更名为：云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司），是中国权威的贵金属第三方检验机构。检测公司通过ISO17025中国合格评定国家认可委员会（CNAS）认可、计量认证（CCMA），实验室管理与国际接轨。检测公司是国家工业与信息化部挂牌“有色金属标准样品定点研制单位”，“工业（贵金属及再生贵金属）产品质量控制和技术评价实验室”，同时是国家高新技术企业。检测公司业务涵盖贵金属及有色金属的原料、产品、矿石、再生资源、冶金物料、稀土、建筑材料、环境样品等的化学成分分析，材料的物理性能评价测试，检测技术研发、推广等领域；承担和参与国际、国家、军工及行业标准的制、修订；政府部门委托的产品质量监督抽查和产品质量评价。贵研检测科技（云南）有限公司长期从事贵金属合金的生产和研发，其合金牌号能够完善的覆盖当前国内外贵金属合金产品的需要，为本标准的修订工作提供样品支撑。贵研检测科技（云南）有限公司具有大中小型分析设备一百余台（套），能够满足贵金属合金中钇含量的测定、试验等标准制修订工作，中心有完善的实验室认可管理体系，能够保证标准修订工作科学合理的进行，同时从多方面保证了数据的溯源性和真实性。

**六、采用国际标准和国外先进标准的情况**

无采用。

**七、与现行法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性国家标准的协调配套情况**

目前仅检索到行业标准YS/T 372.19—2006。本标准完全满足现行国家法律、法规等的要求，标准格式规范。

**八、重大分歧意见的处理经过和依据**

无。

**九、标准性质的建议说明**

根据标准化法和有关规定，建议本标准作为推荐性行业标准。

**十、贯彻标准的要求和措施建议**

1.首先应在实施前保证标准文本的充足供应，使每个检测机构以及相关单位等都能及时得到标准文本，这是保证新标准贯彻实施的基础。

2.本次修订的《贵金属合金元素分析方法 第19部分：钇含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》，不仅与检测机构有关，而且与产品生产、使用企业相关。对于标准使用过程中容易出现的疑问，起草单位有义务进行必要的解释。

3.可以对相关部门进行标准的培训宣贯，以保证标准的贯彻实施。

4.建议本标准批准发布3个月后实施。

**十一、废止现行有关标准的建议**

在本标准发布实施之日起，代替YS/T 372.19—2006《贵金属合金元素分析方法 钇量的测定 偶氮氯膦Ⅲ分光光度法》。

**十二、其他应予说明的事项**

无。

**各验证单位验证数据**

**表7** 精密度试验结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 验证单位 | 样品名称 | 测得Y量(%) | | | | | | 平均值/% | 标准偏差/% | RSD/% |
| 1.紫金矿业集团股份有限公司 | 1# | 0.709 | 0.718 | 0.714 | 0.711 | 0.708 |  | 0.7108 | 0.0063 | 0.88% |
| 0.699 | 0.717 | 0.721 | 0.709 | 0.707 | 0.706 |
| 2# | 2.145 | 2.154 | 2.156 | 2.164 | 2.151 |  | 2.1717 | 0.0284 | 1.31% |
| 2.13 | 2.207 | 2.222 | 2.183 | 2.182 | 2.195 |
| 3# | 4.279 | 4.165 | 4.206 | 4.224 | 4.206 |  | 4.2311 | 0.0441 | 1.04% |
| 4.312 | 4.238 | 4.211 | 4.179 | 4.258 | 4.264 |
| 2.云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司 | 1# | 0.709 | 0.718 | 0.714 | 0.711 | 0.708 |  | 0.7108 | 0.0063 | 0.88% |
| 0.699 | 0.717 | 0.721 | 0.709 | 0.707 | 0.706 |
| 2# | 2.145 | 2.154 | 2.156 | 2.164 | 2.151 |  | 2.1717 | 0.0284 | 1.31% |
| 2.130 | 2.207 | 2.222 | 2.183 | 2.182 | 2.195 |
| 3# | 4.279 | 4.165 | 4.206 | 4.224 | 4.206 |  | 4.2311 | 0.0441 | 1.04% |
| 4.312 | 4.238 | 4.211 | 4.179 | 4.258 | 4.264 |
| 3.中宝正信金银珠宝首饰检测有限公司 | 1# | 0.708 | 0.696 | 0.706 | 0.711 | 0.709 |  | 0.7051 | 0.0055 | 0.78% |
| 0.699 | 0.707 |  |  |  |  |
| 2# | 2.189 | 2.195 | 2.178 | 2.201 | 2.186 |  | 2.1874 | 0.0126 | 0.58% |
| 2.165 | 2.198 |  |  |  |  |
| 3# | 4.207 | 4.205 | 4.196 | 4.199 | 4.213 |  | 4.2084 | 0.0094 | 0.22% |
| 4.221 | 4.218 |  |  |  |  |
| 4.江西省君鑫贵金属科技材料有限公司 | 1# | 0.693 | 0.704 | 0.691 | 0.713 | 0.697 |  | 0.7003 | 0.0088 | 1.26% |
| 0.694 | 0.715 | 0.708 | 0.691 | 0.694 | 0.703 |
| 2# | 2.043 | 2.067 | 2.134 | 2.156 | 2.039 |  | 2.1175 | 0.0578 | 2.73% |
| 2.117 | 2.138 | 2.204 | 2.073 | 2.118 | 2.204 |
| 3# | 4.136 | 4.205 | 4.168 | 4.194 | 4.304 |  | 4.2152 | 0.0524 | 1.24% |
| 4.258 | 4.208 | 4.211 | 4.185 | 4.197 | 4.301 |
| 5.金川集团 | 1# | 0.697 | 0.710 | 0.709 | 0.724 | 0.700 |  | 0.7095 | 0.0108 | 1.53% |
| 0.699 | 0.730 | 0.701 | 0.705 | 0.711 | 0.719 |
| 2# | 2.215 | 2.209 | 2.186 | 2.200 | 2.246 |  | 2.2248 | 0.0234 | 1.05% |
| 2.267 | 2.241 | 2.216 | 2.234 | 2.242 | 2.217 |
| 3# | 4.297 | 4.256 | 4.289 | 4.216 | 4.142 |  | 4.1972 | 0.0678 | 1.62% |
| 4.107 | 4.116 | 4.123 | 4.219 | 4.205 | 4.199 |
| 6.郴州市产商品质量监督检验所 | 1# | 0.694 | 0.695 | 0.714 | 0.701 | 0.702 |  | 0.7024 | 0.0082 | 1.17% |
| 0.692 | 0.701 | 0.712 | 0.716 | 0.702 | 0.697 |
| 2# | 2.099 | 2.139 | 2.13 | 2.213 | 2.214 |  | 2.1409 | 0.0444 | 2.07% |
| 2.129 | 2.086 | 2.168 | 2.142 | 2.083 | 2.147 |
| 3# | 4.244 | 4.299 | 4.152 | 4.169 | 4.251 |  | 4.2203 | 0.0419 | 0.99% |
| 4.186 | 4.213 | 4.209 | 4.254 | 4.217 | 4.229 |
| 7.河南中原黄金冶炼厂有限责任公司 | 1# | 0.699 | 0.699 | 0.72 | 0.704 | 0.714 |  | 0.7073 | 0.0085 | 1.20% |
| 0.711 | 0.701 | 0.716 | 0.696 | 0.717 | 0.703 |
| 2# | 2.145 | 2.143 | 2.127 | 2.14 | 2.105\* |  | 2.1398 | 0.0148 | 0.69% |
| 2.134 | 2.136 | 2.147 | 2.151 | 2.162 | 2.148 |
| 3# | 4.270 | 4.281 | 4.280 | 4.286 | 4.265 |  | 4.2565 | 0.0382 | 0.90% |
| 4.276 | 4.178 | 4.184 | 4.276 | 4.267 | 4.258 |
| 8.国标（北京）检验认证有限公司 | 1# | 0.716 | 0.708 | 0.714 | 0.716 | 0.688\* |  | 0.7089 | 0.0089 | 1.25% |
| 0.711 | 0.711 | 0.712 | 0.697 | 0.708 | 0.717 |
| 2# | 2.131 | 2.095 | 2.22 | 2.171 | 2.234 |  | 2.1788 | 0.0561 | 2.57% |
| 2.179 | 2.12 | 2.133 | 2.282 | 2.193 | 2.209 |
| 3# | 4.160 | 4.170 | 4.246 | 4.195 | 4.240 |  | 4.1964 | 0.0447 | 1.07% |
| 4.213 | 4.232 | 4.136 | 4.207 | 4.118 | 4.243 |
| 9.北矿检测技术股份有限公司 | 1# | 0.707 | 0.720 | 0.714 | 0.708 | 0.690 |  | 0.7037 | 0.0116 | 1.64% |
| 0.695 | 0.692 |  |  |  |  |
| 2# | 2.111 | 2.161 | 2.099 | 2.176 | 2.190 |  | 2.1640 | 0.0435 | 2.01% |
| 2.201 | 2.210 |  |  |  |  |
| 3# | 4.238 | 4.146 | 4.267 | 4.187 | 4.161 |  | 4.1887 | 0.0464 | 1.11% |
| 4.172 | 4.150 |  |  |  |  |
| 10.贵研资源（易门）有限公司 | 1# | 0.712 | 0.689 | 0.689 | 0.717 | 0.690 |  | 0.6954 | 0.0379 | 5.46% |
| 0.588\* | 0.718 | 0.717 | 0.718 | 0.693 | 0.718 |
| 2# | 2.257 | 2.156 | 2.091 | 2.092 | 2.209 |  | 2.1745 | 0.0576 | 2.65% |
| 2.195 | 2.167 | 2.257 | 2.205 | 2.169 | 2.121 |
| 3# | 4.174 | 4.175 | 4.178 | 4.179 | 4.301 |  | 4.2113 | 0.0605 | 1.44% |
| 4.309 | 4.306 | 4.179 | 4.17 | 4.175 | 4.178 |

**注：表中带\*值为离群值。**

通过采用格拉布斯法（Grubbs法）检验组内离群值：检验出歧离值予于保留，统计离群值予以剔除。采用狄克逊法（Dixon法）检验组间离群值：检验出的歧离值和统计离群值，歧离值予于保留，统计离群值予以剔除。计算出的重复性限和再现性限列于下表。

表8 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *W*Y /% | 0.71 | 2.17 | 4.22 |
| *r/*% | 0.02 | 0.11 | 0.13 |

表9 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *W*Y/% | 0.71 | 2.17 | 4.22 |
| *R*/% | 0.03 | 0.13 | 0.14 |