YS

中华人民共和国工业和信息化部 发布

××××-××-××实施

××××-××-××发布

YS/T ××××—××××

代替YS/T 372.19-2006

中华人民共和国有色金属行业标准

ICS 77.120.99

CCS H15

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

Methods for elemental analysis of precious metal alloys

Part 19：Determination of yttrium content

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

（送审稿）

（预审稿）

1. 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 372《贵金属合金元素分析方法》的第19部分。YS/T 372已经发布了以下部分：

——第1部分：银量的测定 碘化钾电位滴定法；

——第2部分：铂量的测定 高锰酸钾电流滴定法；

——第3部分：钯量的测定 丁二肟析出 EDTA 络合滴定法；

——第4部分：铜量的测定 硫脲析出 EDTA 络合滴定法；

——第5部分：PtCu 合金中铜量的测定 碘化钾电位滴定法；

——第6部分：铜、锰量的测定 火焰原子吸收光谱法：

——第7部分：钴量的测定 EDTA络合滴定法；

——第8部分：PtCo 合金中钴量的测定 EDTA络合滴定法；

——第9部分：镍量的测定 EDTA 络合滴定法；

——第10部分：AuNi及 PdNi合金中镍量的测定 EDTA 络合滴定法；

——第11部分：镁量的测定 EDTA络合滴定法；

——第12部分：锌量的测定 EDTA络合滴定法；

——第13部分：锡量的测定 EDTA络合滴定法；

——第14部分：锰量的测定 高锰酸钾电位滴定法；

——第15部分：锑量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第16部分：镓量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第17部分：钨量和铼量的测定 钨酸重量法和硫脲分光光度法；

——第18部分：钆量的测定 偶氮氯膦Ⅲ分光光度法；

——第19部分：钇量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第20部分：镉量的测定 碘化钾析出 EDTA 络合滴定法；

——第21部分：锆量的测定 EDTA络合滴定法；

——第22部分：铟量的测定 EDTA络合滴定法。

本文件代替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》，与YS/T 3712.19-2006相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

1. 更改了测定范围，由0.1%～1.4%改为0.50%～5.00%（见第1章 ，见2006年版的第1章）；
2. 更改了测定方法，由分光光度法改为电感耦合等离子体原子发射光谱法（见正文，见2006年版的正文）；

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：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。

本文件主要起草人： 汪原伊、孙祺、金娅秋、赵万春、陈国华、何姣、杨辉、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。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1978年首次发布，1994年第一次修订，2006年第二次修订；

——本次为第三次修订。

1. 引 言

贵金属合金是以贵金属中的一种金属为基础，加入其他元素组成的合金。本文件指金基、银基等基体与钇次成分熔炼合成的二元或多元合金金属。金基钇合金以稳定化学性、高磁性、优异导电性及抗腐蚀性著称，多用于制造精密仪器、航空航天等核工程领域，并在纳米催化剂中表现出优异的活性。银基钇合金的作用更为广泛，可作为电接触材料提高材料的耐磨抗氧抗腐蚀性；可在半导体和光电领域，作为溅射靶材，为制备高性能薄膜提供理性材料；并在储氢材料中有可研究性应用开发潜能。随材料学的研究进步和新技术的发展，金基钇、银基钇合金会在未来展现出更多的应用前景。YS/T 372建立针对当前所有实现规模化生产的贵金属合金(包括金基合金、银基合金、铂基合金和钯基合金等)生产,应用中需要考核的指标的化学分析方法标准,包括贵金属合金中主成分含量、次成分含量、非贵金属含量的检测等。根据检测对象和检测手段的不同以及基体的差异等, YS/T 372 共由22个部分构成。本文件为第19部分。

本文件是对YS/T 372.19的修订，由分光光度法改为电感耦合等离子体原子发射光谱法，文件规范了采用电感耦合等离子体发射光谱法测定贵金属合金中钇含量的测定方法。试验中对溶解方式、酸度影响、分离基体的吸附率及过滤损失率、标准级差组设计、谱线选择、共存元素干扰、直接法与内标法测定比对等诸多因素进行了研究验证，确定的方法具有准确性、已操作性、低成本等特点。

本文件的精密度数据是在2024年，由11家实验室对3个不同水平样品进行协同试验确定的，每个实验室对每个水平在重复性条件下独立测定11次。试验数据按GB/T 6379.2进行统计分析。

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

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

* 1. 范围

本文件规定了金、银合金中钇含量的测定方法。

本文件适用于金、银合金中钇含量的测定，测定范围（质量分数）：0.50%～5.00%。

* 1. 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

GB/T 17684 贵金属及其合金术语

* 1. 术语和定义

GB/T 17684 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

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。

5 试剂或材料

除非另有说明，分析中仅使用确认为分析纯的试剂和去离子水。

5.1 硝酸(ρ=1.42g/mL)。

5.2 盐酸(ρ=1.19g/mL)。

5.3 冰醋酸。

5.4 无水乙醇。

5.5 盐酸(1+1)。

5.6 盐酸联氨(N2H4•2HCl)溶液，100mg/mL。

5.7 钇标准贮存溶液：称取0.6418g氧化钇(*w*Y2O3≥99.99%)于100mL烧杯中，以少量水润湿，加入10mL盐酸(5.2)，盖上表面皿，低温溶解，冷却至室温，用水冲洗表面皿，将溶液移入500mL容量瓶中加入40mL盐酸(5.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1.0mg钇。

5.8 铟内标溶液：称取2.0000g金属铟（*w*In≥99.99%），置于100mL烧杯中，加入10mL盐酸(5.2)，低温加热溶解完全，冷却至室温，移入1000mL容量瓶中，加入100mL盐酸(5.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含2.0mg铟。

5.9 氩气（体积分数≥99.99%）。

6 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

在仪器最佳工作条件下凡是能达到下列指标者均可使用：

——光源：氩等离子体光源，发生器最大输出功率不小于1.20kW；

——分辨率：200nm左右时的光学分辨率不大于0.010nm；400nm时光学分辨率不大于0.020nm；

——仪器稳定性：仪器1h内漂移不大于2.0%；

——光谱仪检出限：空白液中钇的检出限均不大于0.05 mg/L。

推荐仪器工作参数见附录A。

7 样品

样品加工成碎屑或小片状，用冰醋酸(5.3)浸泡10min后，再用无水乙醇(5.4)洗净、晾干，混匀。

8 试验步骤

8.1 试料

按表1称取试样，精确至0.0001g。

表1试料量和测定方法

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 钇的质量分数  % | 试料  g | |
| 测定方法 | 直接测定法 | 内标法 |
| 0.50～＜2.00 | 0.10 | / |
| ≥ 2.00～5.00 | / | 0.20 |

8.2 平行试验

平行做两份试验。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 分析试液制备

8.4.1 金合金试料：将试料(8.1)置于100mL烧杯中，加入5mL盐酸(5.2)、1.5mL硝酸(5.1)，盖上表面皿，低温加热至溶解完全，蒸至近干。加入2mL盐酸(5.2)，蒸至近干，重复三次。取下，加入2mL盐酸(5.2)，用水冲洗表面皿及烧杯壁，至总体积约30mL。在搅拌下滴加4~5滴盐酸联氨(5.6)，低温加热至微沸，保温30min，每间隔10min搅拌沉淀一次，使金凝聚，溶液澄清。取下，冷却。先将上清液倾入100mL容量瓶中，沉淀留于原烧杯，然后每次用5mL热盐酸(5.5)，洗涤杯壁及沉淀两次，洗涤液合并入容量瓶中。

8.4.2 银合金试料：将试料(8.1)置于200mL烧杯中，加入3mL硝酸(5.1)，盖上表面皿，低温加热至溶解完全，冷却至室温，用水冲洗表面皿及杯壁约30mL，搅拌下缓慢滴加5mL盐酸 (5.2)，加入速度约0.12mL/s～0.17 mL/s，使沉淀颗粒细小、溶液澄清。低温加热至微沸，保温30min，间隔10min搅拌沉淀一次，取下冷却。先将上清液倾入100mL容量瓶中，沉淀留于原烧杯，每次用2.5mL热盐酸(5.5)，洗涤杯壁及沉淀两次，洗涤液合并入容量瓶中。

8.4.3 当钇质量分数为0.50%～2.00%时，将(8.4.1、8.4.2)试液，用水稀释至刻度，混匀，待测；当钇质量分数≥2.00%～5.00%时，在(8.4.1、8.4.2)试液中加入1mL铟内标溶液(5.8)，再用水稀释至刻度，混匀，待测。

8.5工作曲线的绘制

8.5.1 配置直接测定法的标准溶液

移取0.00 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL钇标准贮存溶液(5.7)置于一组100 mL容量瓶中，用盐酸(5.5)稀释至刻度，混匀。得到钇的标准工作溶液为0.00 ug/mL、2.00 ug/mL、5.00 ug/mL、10.00 ug/mL、20.00 ug/mL、40.00 ug/mL、50.00 ug/mL。

8.5.2 配置内标测定法的标准溶液

移取0.00 mL、0.50 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL钇标准贮存溶液(5.4)于一组100 mL容量瓶中，加入1 mL铟内标溶液(5.8)，用盐酸(5.5)稀释至刻度，混匀。得到钇的标准工作溶液为0.00 ug/mL、5.00 ug/mL、20.00 ug/mL、50.00 ug/mL、100.00 ug/mL、150.00 ug/mL。

8.5.3 在推荐的仪器工作条件下，依次测定系列标准溶液、空白溶液和试料溶液中钇的谱线强度值，计算机自动绘制工作曲线并打印出测定结果。

8.6 测定

8.6.1 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在仪器运行稳定后，在选定的仪器工作条件下，用配制好的钇工作标准溶液(8.5)，进行标准化或校准标准工作曲线，直接法测定工作曲线线性相关系数应在0.9999以上；内标法选用In325.609控制测定，测定工作曲线线性相关系数应在0.9998以上，否则需要重新进行标准化或重新配制工作标准溶液进行标准化。

8.6.2 测试分析试液(8.4)及空白试液，仪器根据标准工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出钇元素含量。

9 试验数据处理

钇含量以钇的质量分数*w*Y 计，按公式（1）计算：

*w(*Y)＝%…………………………………………(1)

式中：

——试料溶液中被测元素钇的质量浓度，单位为毫克每升（μg/mL）；

——空白溶液中被测元素钇的质量浓度，单位为毫克每升（μg/mL）；

——测定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

——试料质量，单位为克（g）。

数据处理应符合GB/T 8170数值修约规则与极限数值的表示和判定。

计算结果保留至小数点后两位。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值，在表2给出的平均值范围内，这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数据采用线性內插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录B。

表2 重复性限

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

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两个独立测试结果的测定值，在表3给出的平均值范围内，这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采用线性內插法获得。精密度试验原始数据参见附录B。

表3 再现性限

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

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试样；

——本文件编号；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

附录A

（资料性附录）

电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作条件

使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定金镍钇、银镍钇和银钇合金中钇的含量，推荐仪器工作条件及参数参照表A.1和表A.2。

表A.1 仪器工作参数

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定方法 | 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 |
| 直接法 | 1300 | 0.55 | 15 | 1.00 | 15 | 0.2 | 5 | 径向 |
| 内标法 | 1200 | 0.55 | 15 | 1.00 | 15 | 0.8 | 5 | 径向 |

表A.2 元素谱线

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 波长/nm  钇的质量分数(%) | 直接测定法 | 内标测定法 | |
| Y测定元素 | Y测定元素 | In内标控制元素 |
| 0.50～2.00 | 324.227 | / | / |
| ≥ 2.00～3.00 | / | 360.073 | 325.609 |
| >3.00～5.00 | / | 324.227 | 325.609 |

附录B

（资料性附录）

精密度试验原始数据

精密度数据是由11家实验室对3个不同水平试样进行共同试验确定的。每个实验室对每个钇含量在重复性条件下独立测定11次。测量的原始数据见表B.1。

表B 精密度试验原始数据 质量分数/%

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 实验室 | 水平数 | n=11 | | | | | | | | | | |
| Y | 1 | 1 | 0.691 | 0.716 | 0.719 | 0.697 | 0.703 | 0.708 | 0.704 | 0.696 | 0.695 | 0.715 | 0.707 |
| 2 | 2.121 | 2.080 | 2.157 | 2.259 | 2.191 | 2.200 | 2.202 | 2.154 | 2.145 | 2.195 | 2.201 |
| 3 | 4.314 | 4.173 | 4.207 | 4.189 | 4.247 | 4.221 | 4.167 | 4.186 | 4.280 | 4.199 | 4.211 |
| 2 | 1 | 0.709 | 0.718 | 0.714 | 0.711 | 0.708 | 0.699 | 0.717 | 0.721 | 0.709 | 0.707 | 0.706 |
| 2 | 2.145 | 2.154 | 2.156 | 2.164 | 2.151 | 2.130 | 2.207 | 2.222 | 2.183 | 2.182 | 2.195 |
| 3 | 4.279 | 4.165 | 4.206 | 4.224 | 4.206 | 4.312 | 4.238 | 4.211 | 4.179 | 4.258 | 4.264 |
| 3 | 1 | 0.696 | 0.700 | 0.715 | 0.714 | 0.705 | 0.721 | 0.706 | 0.708 | 0.711 | 0.709 | 0.702 |
| 2 | 2.163 | 2.170 | 2.200 | 2..193 | 2.185 | 2.108 | 2.179 | 2.186 | 2.185 | 2.147 | 2.138 |
| 3 | 4.268 | 4.205 | 4.195 | 4.179 | 4.188 | 4.255 | 4.267 | 4.195 | 4.189 | 4.299 | 4.294 |
| 4 | 1 | 0.708 | 0.696 | 0.706 | 0.711 | 0.709 | 0.699 | 0.707 |  |  |  |  |
| 2 | 2.189 | 2.195 | 2.178 | 2.201 | 2.186 | 2.165 | 2.198 |  |  |  |  |
| 3 | 4.207 | 4.205 | 4.196 | 4.199 | 4.213 | 4.221 | 4.218 |  |  |  |  |
| 5 | 1 | 0.693 | 0.704 | 0.691 | 0.713 | 0.697 | 0.694 | 0.715 | 0.708 | 0.691 | 0.694 | 0.703 |
| 2 | 2.043 | 2.067 | 2.134 | 2.156 | 2.039 | 2.117 | 2.138 | 2.204 | 2.073 | 2.118 | 2.204 |
| 3 | 4.136 | 4.205 | 4.168 | 4.194 | 4.304 | 4.258 | 4.208 | 4.211 | 4.185 | 4.197 | 4.301 |
| 6 | 1 | 0.697 | 0.7100 | 0.709 | 0.724 | 0.700 | 0.699 | 0.730 | 0.701 | 0.705 | 0.711 | 0.719 |
| 2 | 2.215 | 2.209 | 2.186 | 2.200 | 2.246 | 2.267 | 2.241 | 2.216 | 2.234 | 2.242 | 2.217 |
| 3 | 4.297 | 4.256 | 4.289 | 4.216 | 4.142 | 4.107 | 4.116 | 4.123 | 4.219 | 4.205 | 4.199 |
| 7 | 1 | 0.694 | 0.695 | 0.714 | 0.701 | 0.702 | 0.692 | 0.701 | 0.712 | 0.716 | 0.702 | 0.697 |
| 2 | 2.099 | 2.139 | 2.130 | 2.213 | 2.214 | 2.129 | 2.086 | 2.168 | 2.142 | 2.083 | 2.147 |
| 3 | 4.244 | 4.299 | 4.152 | 4.169 | 4.251 | 4.186 | 4.213 | 4.209 | 4.254 | 4.217 | 4.229 |
| 8 | 1 | 0.699 | 0.699 | 0.720 | 0.704 | 0.714 | 0.711 | 0.701 | 0.716 | 0.696 | 0.717 | 0.703 |
| 2 | 2.145 | 2.143 | 2.127 | 2.140 | 2.105\* | 2.134 | 2.136 | 2.147 | 2.151 | 2.162 | 2.148 |
| 3 | 4.270 | 4.281 | 4.280 | 4.286 | 4.265 | 4.276 | 4.178 | 4.184 | 4.276 | 4.267 | 4.258 |
| 9 | 1 | 0.716 | 0.708 | 0.714 | 0.716 | 0.688\* | 0.711 | 0.711 | 0.712 | 0.697 | 0.708 | 0.717 |
| 2 | 2.131 | 2.095 | 2.220 | 2.171 | 2.234 | 2.179 | 2.120 | 2.133 | 2.282 | 2.193 | 2.209 |
| 3 | 4.160 | 4.170 | 4.246 | 4.195 | 4.240 | 4.213 | 4.232 | 4.136 | 4.207 | 4.118 | 4.243 |
| 10 | 1 | 0.707 | 0.720 | 0.714 | 0.708 | 0.690 | 0.695 | 0.692 |  |  |  |  |
| 2 | 2.111 | 2.161 | 2.099 | 2.176 | 2.190 | 2.201 | 2.210 |  |  |  |  |
| 3 | 4.238 | 4.146 | 4.267 | 4.187 | 4.161 | 4.172 | 4.150 |  |  |  |  |
| 11 | 1 | 0.712 | 0.689 | 0.689 | 0.717 | 0.690 | 0.588\* | 0.718 | 0.717 | 0.718 | 0.693 | 0.718 |
| 2 | 2.257 | 2.156 | 2.091 | 2.092 | 2.209 | 2.195 | 2.167 | 2.257 | 2.205 | 2.169 | 2.121 |
| 3 | 4.174 | 4.175 | 4.178 | 4.179 | 4.301 | 4.309 | 4.306 | 4.179 | 4.170 | 4.175 | 4.178 |
| **注**：表中标“\*\*”数据表示为离群值，计算时剔除。 | | | | | | | | | | | | | |