

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.2—20XX

## 铍合金化学分析方法 第2部分：银、钴和锗含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of beryllium alloy—  
Part 2: Determination of silver, cobalt and germanium content—  
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(报批稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

## 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 ××××《镀合金化学分析方法》第2部分，YS/T ××××已发布以下部分：

- 第1部分：镀含量的测定 氟化钾滴定法；
- 第2部分：银、钴和锗含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第3部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第4部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第5部分：氧含量的测定 惰气熔融红外吸收法。

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：西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司、五矿矿业股份有限公司、富蕴恒盛矿业有限责任公司、宁夏中色新材料有限公司。

本文件主要起草人：孙洪涛、王志萍、王巧、马肖、白英丽、温亚勇、谢奕斌、张新辉、冉梦璇、李娜。

## 引 言

铍合金（铍质量分数范围：60%~65%）具有质量轻、高强度、高比刚度、优异的尺寸稳定性和减振降噪作用，且热膨胀系数低、导热性能良好等诸多优良特征，是国防和航空航天惯性导航系统、飞行器光电系统及其电子器件等结构支撑的重要选材之一，是当前及未来航空航天领域中必不可少的关键材料。因此，通过实验研究建立一套完整、切实可行的铍合金化学成分分析的方法标准十分必要。

YS/T ××××拟由5部分组成：

- 第1部分：铍含量的测定 氟化钾滴定法；
- 第2部分：银、钴和锆含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第3部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第4部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第5部分：氧含量的测定 惰气熔融红外吸收法；

本系列方法填补了国内外在铍合金检验领域的空白，对提升铍合金材料研发、应用与生产，提供有力支撑。

# 铍合金化学分析方法

## 第2部分：银、钴和锆含量的测定

### 电感耦合等离子体原子发射光谱法

警示——铍合金样品有全身性毒作用。本文件并未指出所有可能出现的安全问题。使用本文件的人员应有正规实验室工作的经验。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合有关国家法规规定的条件。

#### 1 范围

本文件规定了铍合金中银、钴和锆含量的测定方法。

本文件适用于铍合金中银、钴和锆含量的测定。测定范围（质量分数）为银 0.10%~5.00%，钴、锆 0.10%~3.00%。

#### 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 原理

试料用硫酸和硝酸溶解。在稀酸介质中，使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量试液中被测元素的发射强度，由基体匹配法得到被测元素的质量浓度。

#### 5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的实验室二级水。

5.1 硫酸（ $\rho=1.84$  g/mL）。

5.2 硝酸（ $\rho=1.42$  g/mL）。

5.3 氢氟酸（ $\rho=1.14$  g/mL）。

5.4 硝酸（1+19）。

5.5 硫酸（5+95）。

5.6 硝酸（1+1）。

5.7 金属铍： $w_{\text{Be}} \geq 99.9\%$ ， $w_{\text{Ag}} \leq 0.001\ 0\%$ ， $w_{\text{Co}} \leq 0.001\ 0\%$ ， $w_{\text{Ge}} \leq 0.001\ 0\%$ 。

5.8 金属铝： $w_{Al} \geq 99.99\%$ ， $w_{Ag} \leq 0.001\ 0\%$ ， $w_{Co} \leq 0.001\ 0\%$ ， $w_{Ge} \leq 0.001\ 0\%$ 。

5.9 银标准贮存溶液：准确称取 1.5750 g 硝酸银于 150 mL 烧杯中，用 50 mL 水溶解。移入 1000 mL 棕色容量瓶中，以硝酸（5.4）稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 银。

5.10 钴标准贮存溶液：准确称取在 500℃~550℃灼烧至恒重的无水硫酸钴 2.6289 g，于 150 mL 烧杯中，加适量水溶解。移入 1000 mL 容量瓶中，以硝酸（5.4）稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钴。

5.11 锗标准贮存溶液：准确称取 1.0000 g 高纯金属锗（ $w_{Ge} \geq 99.99\%$ ）放入 150 mL 的聚四氟乙烯烧杯中，加 5 mL 氢氟酸（5.3），再滴加 5 滴硝酸（5.2），直至溶解完全。移入 1 000 mL 聚乙烯容量瓶中，以硝酸（5.4）稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锗。

5.12 氩气（体积分数不小于 99.99 %）。

## 6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪：分辨率小于 0.01 nm（200 nm 处）。

6.2 各元素分析谱线：各元素推荐的分析谱线见表1。

表 1 各元素分析谱线

| 元素    | Ag      | Co      | Ge      |
|-------|---------|---------|---------|
| 波长/nm | 328.068 | 228.615 | 206.866 |

## 7 样品

样品可以是碎屑状或粉状，屑样单片尺寸不大于 5 mm×5 mm。

## 8 分析步骤

### 8.1 试料

称取 0.10 g 样品，精确至 0.000 1 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

称取与试料对等的金属铍和金属铝，随同试料做空白试验。

### 8.4 分析试液的制备

8.4.1 将试料（8.1）置于 150 mL 烧杯中，以少许水润湿。

8.4.2 缓慢加入 40 mL 硫酸（5.5），待剧烈反应停止后，低温加热并加入 10 mL 硝酸（5.6）至试料完全溶解，取下冷却至室温，将溶液移入 100 mL 棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

### 8.5 工作曲线的绘制

称取6份与试料对等金属铍（5.7）与金属铝（5.8），分别置于6个150 mL烧杯中，分别加入0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL银标准贮存溶液（5.9）、钴标准贮存溶液（5.10）和锆标准贮存溶液（5.11），以下按分析步骤8.4.2操作。

## 8.6 测定

仪器优化后，按推荐的分析线，以质量浓度为横坐标，分析线发射光强度为纵坐标，计算机自动绘制工作曲线。当工作曲线的线性关系达到0.999以上时，测量空白溶液（8.3）与试液（8.4）中被测元素的发射光强度，计算机自动由工作曲线计算出被测元素的质量浓度。

## 9 试验数据处理

银、钴和锆的含量以质量分数 $w_x$ 计，按公式（1）计算：

$$w_x = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $w_x$  ——待测元素的含量，X代表银、钴、锆；
- $\rho_1$  ——试液中被测元素的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- $\rho_0$  ——空白溶液中被测元素的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- $V$  ——溶液总体积，单位为毫升（mL）；
- $m$  ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果保留至小数点后两位。数字修约按GB/T 8170执行。

## 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，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（ $r$ ）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。精密度试验原始数据数据见附录A。

表2 重复性

|                    |      |      |      |
|--------------------|------|------|------|
| $w_{\text{Ag}}/\%$ | 0.86 | 1.90 | 3.47 |
| $r/\%$             | 0.08 | 0.12 | 0.14 |
| $w_{\text{Co}}/\%$ | 0.60 | 1.00 | 1.66 |
| $r/\%$             | 0.02 | 0.03 | 0.04 |
| $w_{\text{Zr}}/\%$ | 0.77 | 0.95 | 1.80 |
| $r/\%$             | 0.06 | 0.10 | 0.12 |

### 10.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列允许差。

表3 允许差

|             |           |            |            |
|-------------|-----------|------------|------------|
| $w_{Ag}/\%$ | 0.10~1.00 | >1.00~2.00 | >2.00~5.00 |
| 允许差/%       | 0.08      | 0.15       | 0.30       |
| $w_{Co}/\%$ | 0.10~1.00 | >1.00~2.00 | >2.00~3.00 |
| 允许差/%       | 0.06      | 0.08       | 0.15       |
| $w_{Ge}/\%$ | 0.10~1.00 | >1.00~2.00 | >2.00~3.00 |
| 允许差/%       | 0.08      | 0.15       | 0.30       |

## 11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 测定结果；
- 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 2020 年由 3 家实验室分别对银、钴、锆含量的 3 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室分别对每个水平的银、钴、锆含量在重复性条件下独立测定 11 次。测量的原始数据见表 A.1。

表 A.1 精密度试验原始数据

| 元素 | 实验室 | 水平数 | w/% (n=11) |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|----|-----|-----|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|    |     |     | 1          | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     | 8     | 9     | 10    | 11    |
| Ag | 1   | 1   | 0.898      | 0.834 | 0.850 | 0.885 | 0.856 | 0.875 | 0.887 | 0.845 | 0.825 | 0.824 | 0.829 |
|    |     | 2   | 0.892      | 0.830 | 0.854 | 0.872 | 0.841 | 0.868 | 0.874 | 0.822 | 0.795 | 0.761 | 0.755 |
|    |     | 3   | 0.898      | 0.842 | 0.869 | 0.912 | 0.870 | 0.898 | 0.907 | 0.867 | 0.848 | 0.824 | 0.820 |
|    | 2   | 1   | 1.918      | 1.839 | 1.891 | 1.901 | 1.918 | 1.964 | 1.969 | 1.857 | 1.849 | 1.928 | 1.921 |
|    |     | 2   | 1.900      | 1.846 | 1.889 | 1.867 | 1.902 | 1.98  | 1.947 | 1.827 | 1.803 | 1.918 | 1.914 |
|    |     | 3   | 1.903      | 1.833 | 1.893 | 1.897 | 1.908 | 1.952 | 1.965 | 1.849 | 1.843 | 1.916 | 1.910 |
|    | 3   | 1   | 3.560      | 3.512 | 3.487 | 3.484 | 3.407 | 3.481 | 3.543 | 3.446 | 3.442 | 3.427 | 3.414 |
|    |     | 2   | 3.601      | 3.621 | 3.577 | 3.582 | 3.508 | 3.587 | 3.53  | 3.558 | 3.596 | 3.541 | 3.49  |
|    |     | 3   | 3.465      | 3.391 | 3.428 | 3.423 | 3.302 | 3.39  | 3.441 | 3.361 | 3.398 | 3.332 | 3.283 |
| Co | 1   | 1   | 0.601      | 0.590 | 0.602 | 0.596 | 0.598 | 0.597 | 0.602 | 0.595 | 0.608 | 0.608 | 0.612 |
|    |     | 2   | 0.592      | 0.595 | 0.608 | 0.599 | 0.604 | 0.603 | 0.603 | 0.593 | 0.605 | 0.598 | 0.596 |
|    |     | 3   | 0.602      | 0.593 | 0.596 | 0.592 | 0.596 | 0.597 | 0.600 | 0.593 | 0.608 | 0.605 | 0.611 |
|    | 2   | 1   | 0.995      | 0.990 | 0.994 | 0.993 | 0.998 | 1.002 | 1.009 | 1.001 | 1.014 | 1.014 | 1.007 |
|    |     | 2   | 0.991      | 0.990 | 0.987 | 0.990 | 0.993 | 0.995 | 0.999 | 0.994 | 1.010 | 1.007 | 0.996 |
|    |     | 3   | 0.986      | 0.985 | 0.988 | 0.990 | 0.990 | 0.991 | 0.996 | 0.990 | 1.006 | 1.004 | 1.001 |
|    | 3   | 1   | 1.659      | 1.663 | 1.660 | 1.675 | 1.673 | 1.667 | 1.683 | 1.651 | 1.662 | 1.659 | 1.647 |
|    |     | 2   | 1.652      | 1.571 | 1.595 | 1.666 | 1.574 | 1.659 | 1.567 | 1.643 | 1.658 | 1.653 | 1.641 |
|    |     | 3   | 1.555      | 1.551 | 1.561 | 1.577 | 1.569 | 1.567 | 1.595 | 1.579 | 1.580 | 1.572 | 1.578 |
| Ge | 1   | 1   | 0.755      | 0.739 | 0.753 | 0.789 | 0.782 | 0.804 | 0.797 | 0.790 | 0.746 | 0.773 | 0.770 |
|    |     | 2   | 0.770      | 0.747 | 0.779 | 0.805 | 0.801 | 0.827 | 0.812 | 0.792 | 0.765 | 0.788 | 0.778 |
|    |     | 3   | 0.757      | 0.733 | 0.752 | 0.784 | 0.780 | 0.802 | 0.788 | 0.757 | 0.727 | 0.742 | 0.729 |
|    | 2   | 1   | 0.931      | 0.887 | 0.950 | 0.941 | 0.964 | 1.009 | 1.001 | 0.925 | 0.918 | 0.991 | 0.972 |
|    |     | 2   | 0.921      | 0.858 | 0.920 | 0.922 | 0.932 | 0.980 | 0.979 | 0.884 | 0.886 | 0.966 | 0.961 |
|    |     | 3   | 0.889      | 0.910 | 0.959 | 0.963 | 0.896 | 0.898 | 0.972 | 0.930 | 0.954 | 0.970 | 0.899 |
|    | 3   | 1   | 1.864      | 1.859 | 1.814 | 1.798 | 1.757 | 1.767 | 1.837 | 1.831 | 1.788 | 1.773 | 1.746 |
|    |     | 2   | 1.750      | 1.762 | 1.744 | 1.750 | 1.702 | 1.757 | 1.801 | 1.773 | 1.753 | 1.744 | 1.770 |
|    |     | 3   | 1.853      | 1.782 | 1.835 | 1.750 | 1.841 | 1.796 | 1.769 | 1.788 | 1.811 | 1.766 | 1.770 |