

ICS 77.120.99

CCS H 14

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.2—202X

钨铜合金化学分析方法  
第2部分：钨含量的测定  
辛可宁重量法

Methods for chemical analysis of tungsten-copper alloys—

Part 2: Determination of tungsten content—

Cinchonine gravimetric method

(报批稿)

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 XXXX《钨铜合金化学分析方法》的第2部分。YS/T XXXX已经发布了以下部分：

- 第1部分：铜含量的测定 碘量法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第2部分：钨含量的测定 辛可宁重量法；
- 第3部分：钴、铁、镍、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：国合通用测试评价认证股份公司、有研亿金新材料有限公司、北矿检测技术有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、赣州有色冶金研究所有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、中铝材料应用研究院有限公司。

本文件主要起草人：李甜、孙海峰、张宇鑫、李凤艳、刘朝方、皮晓梅、刘含笑、刘凯、谢玲君、张文星、黄菊梅、郭寒攀、刘跃、苏玉龙、张金娥。

## 引 言

钨铜合金是一种以钨、铜元素为主要组成成分的金属复合材料。钨铜合金兼具了金属钨熔点高、密度大、膨胀系数低和金属铜导电导热及延展性能好的优点，具有微观组织均匀、耐高温、耐电弧烧蚀、机械强度高、密度大、导电导热性能良好等特性，广泛应用于航空航天、电子、电力、冶金、机械、体育器材等行业，是制备军用耐高温材料、高压开关用电工合金、电加工电极、微电子材料等的理想材料。钨铜合金的理化性质与其化学成分之间有着密切关系，钨元素是钨铜合金中的一种主要元素，其含量多少直接影响着材料的耐高温性和耐电弧烧蚀性。

YS/T XXXX 拟由以下4个部分组成：

- 第1部分：铜含量的测定 碘量法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第2部分：钨含量的测定 辛可宁重量法；
- 第3部分：钴、铁、镍、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 高频燃烧红外吸收法。

本文件的制定为钨铜合金中钨含量的测定提供了重要依据，填补了国内外空白，对于提高检测结果的可靠性和可比性、减少供应商和客户之间因检测误差造成的商业纠纷、助力钨铜合金产业化发展具有十分重要的作用。

# 钨铜合金化学分析方法

## 第2部分：钨含量的测定

### 辛可宁重量法

#### 1 范围

本文件规定了钨铜合金中钨含量的测定方法。

本文件方法适用于钨铜合金中钨含量的测定。测定范围为40.00%~96.00%。

#### 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，凡是注日期的引用文件，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 6682-2008 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

样品经氢氟酸和硝酸溶解后，硼酸络合多余的氟离子，在酸性介质中，钨与辛可宁形成稳定沉淀，将沉淀滤出并灼烧至恒重，计算钨的质量分数，滤液对结果进行补正。

#### 5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上的试剂和GB/T 6682-2008规定的三级水。

5.1 氢氟酸 ( $\rho=1.14$  g/L)。

5.2 硝酸 ( $\rho=1.42$  g/L)。

5.3 盐酸 ( $\rho=1.19$  g/L)。

5.4 硼酸饱和溶液：称取 200 g 硼酸于 2000 mL 烧杯中，加入约 1000 mL 温水，不断搅拌直至硼酸不再溶解。冷却，静置，取上层饱和溶液。

5.5 辛可宁溶液 (100 g/L)：称取 10 g 辛可宁溶解于 100 mL 盐酸 (1+1) 中。

5.6 辛可宁洗液 (3 g/L)：移取 30 mL 辛可宁溶液 (5.5)，用水稀释至 1000 mL。

5.7 钨标准贮存溶液：称取 1.260 g 经 750 °C 灼烧过的纯三氧化钨 [ $w_{W_2O_3} \geq 99.95\%$ ]，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 氢氧化钠溶液 (200 g/L)，微热至溶解完全，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 钨。

5.8 钨标准溶液：移取 10.00 mL 钨标准贮存溶液（5.7），置于 100 mL 塑料容量瓶中，加入 6 mL 硝酸（5.2），2 mL 氢氟酸（5.1），用水定容、混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钨。

5.9 滤纸浆。

## 6 仪器

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪：仪器的实际分辨率在 200 nm 处光谱分辨率应小于 0.007 nm，400 nm 处光谱分辨率应小于 0.01 nm；测量 10 次最高浓度的标准溶液的净光强，计算其标准偏差，其相对标准偏差应小于 1%。

6.2 高温炉，工作温度不低于 800 °C。

## 7 样品

样品为厚度不大于 1 mm 的碎屑。

## 8 试验步骤

### 8.1 试料

称取 0.20 g 的样品（7），精确至 0.0001 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

随同试料（8.1）做空白试验。

### 8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于聚四氟乙烯烧杯中，沿壁吹入少量水，加入 5 mL 氢氟酸（5.1）和 5 mL 硝酸（5.2），置于温度不高于 300°C 电热板上加热至溶解完全，取下，冷却至室温。

8.4.2 将溶液转移至盛有 10 mL 硼酸饱和溶液（5.4）的 400 mL 玻璃烧杯中，加入 10 mL 盐酸（5.3），加水至 150 mL~200 mL，盖上表面皿，于电热板上加热至微沸 1h，缓慢加入 5 mL 辛可宁溶液（5.5）和少量滤纸浆（5.9），充分搅拌后于 80 °C 左右保温约 4 h 或室温放置过夜。

8.4.3 用慢速定量滤纸过滤，滤液收集于 500 mL 玻璃容量瓶中，用辛可宁洗液（5.6）洗涤沉淀 7 次以上。

8.4.4 将沉淀及滤纸置于已恒重的坩埚中，灰化，于 800 °C 的高温炉内灼烧 1 h 取出，置于干燥器中冷却至室温，称量。反复灼烧至恒量。

8.4.5 滤液及洗液用水定容至 500 mL，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在选定的仪器测定条件下测量钨的发射强度。从相应的工作曲线上查得溶液中钨的质量浓度。

### 8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 准确移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 钨标准溶液（5.8）于一组 100 mL 塑料容量瓶中，加入 5 mL 氢氟酸（5.1）和 5 mL 硝酸（5.2），用水稀释至刻度，摇匀。

8.5.2 将系列标准溶液（8.5.1）引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中，在选定的仪器测定条件下，测量系列标准溶液中钨元素的发射强度。以钨的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

## 9 试验数据处理

钨含量以钨质量分数  $w$  计，按式 (1) 计算：

$$w = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \cdot k + \rho \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $w$  —— 钨的质量分数，单位为%；
- $m_1$  —— 坩埚和灼烧后沉淀的质量，单位为克 (g)；
- $m_2$  —— 坩埚的质量，单位为克 (g)；
- $m_3$  —— 坩埚和随同试样空白的质量，单位为克 (g)；
- $m_4$  —— 随同试样空白的坩埚质量，单位为克 (g)；
- $k$  —— 氧化钨算为钨的换算因数，为 0.7930；
- $\rho$  —— 滤液中钨的质量浓度，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ )；
- $V$  —— 滤液的体积，单位为毫升 (mL)；
- $m$  —— 试料的质量，单位为克 (g)。

计算结果表示至小数点后两位。数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

## 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，精密度实验原始数据参见附录A。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

$w/\%$	53.37	70.75	75.20	79.54	88.08
$r/\%$	0.31	0.43	0.46	0.51	0.55

### 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。

表 2 再现性限

$w/\%$	53.37	70.75	75.20	79.54	88.08
$R/\%$	0.35	0.45	0.48	0.53	0.59

## 11 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。

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

## 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 8 家实验室对钨含量的 5 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钨含量在重复性条件下独立测定。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	w/% (n=11)										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1#	53.41	53.38	53.62	53.44	53.29	53.62	53.71	53.15	53.33	53.41	53.39
	2#	70.08	70.34	70.23	70.41	70.18	70.01	70.33	70.29	70.48	70.05	70.12
	3#	75.45	75.27	75.5	75.2	75.08	75.00	75.03	75.38	75.01	75.42	75.11
	4#	79.73	79.83	79.67	79.62	79.52	79.41	79.36	79.55	79.47	79.79	79.76
	5#	88.10	87.99	88.13	87.86	88.00	87.99	87.79	87.93	88.06	87.85	87.65
2	1#	53.16	53.02	53.29	52.99	53.25	53.33	53.41	53.05	53.15	53.42	53.38
	2#	70.79	70.63	70.55	70.74	70.68	70.49	70.62	70.39	70.68	70.59	70.82
	3#	75.31	75.25	75.06	74.96	75.28	74.99	75.18	75.26	75.39	75.23	75.33
	4#	79.75	79.38	79.49	79.44	79.66	79.43	79.80	79.79	79.42	79.55	79.63
	5#	88.14	88.03	87.96	88.25	88.43	88.19	88.36	88.29	88.19	88.45	88.16
3	1#	53.45	53.63	53.23	53.32	53.59	53.75	53.34	-	-	-	-
	2#	70.69	70.82	70.31	70.27	70.58	70.28	70.54	-	-	-	-
	3#	75.58	75.81	75.45	75.39	75.29	75.57	75.48	-	-	-	-
	4#	80.00	79.86	79.72	79.62	79.71	79.91	79.51	-	-	-	-
	5#	88.19	87.81	88.27	88.01	88.03	88.14	88.08	-	-	-	-
4	1#	52.62	52.30	52.52	53.26	53.21	53.43	53.65	53.86	52.39	52.34	52.29
	2#	71.28	71.12	71.43	70.89	70.98	70.90	70.83	70.75	71.45	71.54	71.63
	3#	74.53	74.20	74.87	74.87	75.04	75.20	75.37	75.54	74.87	75.04	75.20
	4#	78.55	78.64	79.26	78.12	78.43	78.37	78.30	78.22	79.53	79.89	80.25
	5#	87.06	88.17	87.37	87.84	88.00	88.15	88.30	88.46	87.84	88.00	88.15
5	1#	53.70	53.31	53.61	53.78	53.49	53.20	53.48	53.86	53.50	53.66	53.72
	2#	71.36	71.21	71.42	71.09	71.21	71.04	71.14	71.01	71.28	71.33	71.40
	3#	75.63	75.47	75.67	75.45	75.53	75.61	74.99	75.76	75.50	75.47	75.89
	4#	79.28	79.17	79.53	79.51	79.62	79.29	79.46	79.36	79.03	79.69	79.47
	5#	88.05	88.24	87.80	87.98	87.90	88.14	88.09	88.11	87.92	87.75	88.20



表 A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	样品水平	w/% (n=11)										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
6	1#	53.00	53.47	52.61	53.39	53.47	52.71	53.47	53.01	53.62	53.36	53.03
	2#	70.45	71.05	70.98	70.90	70.48	70.48	70.76	70.74	70.54	70.56	70.81
	3#	74.81	75.09	75.72	75.07	74.88	74.84	74.82	74.78	75.45	75.85	75.24
	4#	79.66	79.26	79.42	79.26	79.59	79.49	79.63	79.49	79.11	79.58	79.06
	5#	87.93	88.33	88.50	88.36	88.22	88.23	87.80	87.89	87.72	87.71	87.91
7	1#	54.56	54.43	54.38	54.67	54.59	54.83	54.45	54.71	54.63	54.75	54.46
	2#	71.15	71.41	71.53	71.29	70.91	71.39	70.97	71.54	71.26	71.05	71.34
	3#	74.81	75.06	74.22	74.58	74.65	75.00	74.38	74.47	74.71	74.97	74.41
	4#	79.56	79.72	79.47	79.27	79.74	79.66	79.45	79.51	79.17	79.43	79.38
	5#	88.86	88.77	88.11	88.15	88.24	88.36	88.85	88.05	88.40	88.21	88.92
8	1#	53.02	53.19	53.62	52.86	53.16	53.62	53.71	53.22	53.01	53.55	53.79
	2#	70.69	70.26	70.23	70.19	70.02	69.85	70.61	70.11	70.06	70.36	70.88
	3#	75.01	75.56	75.55	75.24	75.05	75.74	75.13	75.32	75.01	75.39	75.12
	4#	79.96	79.23	79.67	79.55	79.50	79.16	79.37	79.16	79.47	79.49	79.91
	5#	88.02	87.49	88.67	87.43	88.85	87.82	87.35	87.83	88.02	87.95	87.82