

ICS 77.120.99

CCS H15

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.4—202X

银钨合金化学分析方法

第4部分：碳含量的测定

高频感应炉燃烧红外吸收法

Methods for chemical analysis of silver-tungsten alloys—

Part 4: Determination of carbon content—

Infrared absorption method after high frequency induction furnace combustion

(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

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 ××××《银钨合金化学分析方法》的第4部分。YS/T ××××《银钨合金化学分析方法》已经发布了以下四个部分：

- 第1部分：银含量的测定 电位滴定法；
- 第2部分：钨含量的测定 辛可宁重量法；
- 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：碳含量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法。

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、国标（北京）检验认证有限公司、北矿检测技术有限公司、贵研铂业股份有限公司、广东省工业分析检测中心、江西省汉氏贵金属有限公司、有研亿金新材料有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司、紫金铜业有限公司、河南中原黄金冶炼厂有限责任公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、西安汉唐分析检测有限公司。

本文件主要起草人：白伟华、王长华、贾国斌、付鹏飞、韩维儒、张博、李涛、庄艾春、孙祺、汪原伊、郁丰善、徐晓艳、阮桂色、罗秀芬、邱清良、刘凯、郭飞、李甜、李娜、陈雄飞、周海收、鲍叶琳、廖彬玲、王凤荣、刘成祥、周恺、孙宝莲。

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

引 言

银钨合金是一种以银、钨元素为主要组成成分的合金材料。钨银合金综合了金属钨熔点高（熔点 3410℃）、密度大（密度 19.34 g/m³）和金属银导电导热性能好的优点，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。目前，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，是制备高、低电压电源开关、电加工电极、微电子元件和耐高温元件的理想材料。研究表明，银钨合金的理化性能与其化学成分之间有着密切联系。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的。

YS/T ××××《银钨合金化学分析方法》拟由以下四个部分组成。

- 第1部分：银含量的测定 电位滴定法；
- 第2部分：钨含量的测定 辛可宁重量法；
- 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：碳含量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法。

本文件的制定为行业内形成对银钨合金中碳元素含量的科学、统一的测试评价提供了重要依据，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、助力银钨合金产业化发展具有十分重要的作用。

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

银钨合金化学分析方法

第 4 部分：碳含量的测定

高频感应炉燃烧红外吸收法

1 范围

本文件规定了高频感应炉燃烧红外吸收法测定银钨合金中碳含量的方法。
本文件适用于银钨合金中碳含量的测定。测定范围：0.002%~0.20%。

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 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

利用气体 CO_2 对红外线具有选择吸收的原理进行碳元素的定量分析。试料在陶瓷坩埚中，通入氧气经高频感应加热燃烧，试料中的碳氧化生成 CO_2 。经氧气载流送入检测单元， CO_2 吸收红外能量，因而检测单元接收的能量减少，根据红外能量的衰减变化与被测气体浓度间的关系可以确定被测气体的浓度，进而求出试样中 C 元素的含量，分析结果以质量分数直接显示。

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 规定二级水。

5.1 纯铁助熔剂： $w_c < 0.0005\%$ 。

5.2 钨锡助熔剂： $w_c \leq 0.0008\%$ ，其中锡含量 10%~15%。

5.3 丙酮或其他有机溶剂。

5.4 含碳标准物质（或标准样品）：与待测试样含碳量相近的同类物质。

5.5 氧气（体积分数不小于 99.5%）。

5.6 高氯酸镁：无水，粒状或片状。

5.7 稀土氧化铜。

5.8 烧碱石棉：粒状。

5.9 石英棉。

5.10 陶瓷坩埚：使用前应在高温炉中高于 1100 °C 高温灼烧 4h 或通氧灼烧约 2h，冷却后保存在干燥器中备用。

6 仪器设备

6.1 电子天平

精度 0.1mg。

6.2 高频感应炉红外碳硫测定仪。

高频炉功率：1.0 kW ~2.5 kW。

精度：0.00001%或优于 0.00001%。

7 样品

将样品加工成厚度不大于1 mm的屑状或粒状(加工过程中应除去表皮并防止污染，必要时用丙酮清洗。)，或研磨成粒度不大于0.15mm的粉末。

8 试验步骤

8.1 仪器预热

仪器分析前要充分预热，按仪器使用说明书调试检查仪器，确认正常后，启动仪器，使仪器处于正常稳定状态。

8.2 仪器检漏

利用仪器检漏程序或其他辅助设备进行检查，确定仪器无漏气现象。

8.3 空白试验

依次称取 0.5g (精确至 0.1g) 纯铁助熔剂 (5.1) 和 1.2g (精确至 0.1g) 钨锡助熔剂 (5.2) 置于陶瓷坩埚 (5.10) 内，于同一量程或通道，按 8.7 进行测定。重复测定直到读数比较稳定为止。记录比较稳定一致的 3 次~5 次读数，计算平均值，然后进行空白检测或空白补偿。空白值极差 $\leq 0.0005\%$ ，空白值 $\leq 0.0003\%$ 。

8.4 仪器校准

选择碳含量大于待测试料的有证标准物质来校正仪器。在选定的通道上按 8.7 进行 3 次~5 次分析，选取测量值在标准物质允许误差范围内的结果对系统进行单点曲线校正，得出校正系数。再用与试料碳含量相近的标准物质进行验证，在其允许差范围内方可进行试样分析。

8.5 试料

称取 0.30g~0.50g 样品 (7)，精确至 0.0001 g。

8.6 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

8.7 测定

将称取的试料置于预先盛有 0.5g（精确至 0.1g）纯铁助熔剂（5.1）的坩埚（5.10）内，覆盖 1.2g（精确至 0.1g）钨锡助熔剂（5.2），钳取坩埚置于炉台座上，开始分析并读取结果。

9 试验数据处理

按式(1)计算碳含量，以质量分数 w_c 表示：

$$w_c = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 —— 试料中碳的质量，单位为毫克(mg)；

m_0 —— 空白试验中碳的质量，单位为毫克(mg)；

m —— 试料的质量，单位为克(g)。

当碳含量不小于 0.10% 时计算结果表示至小数点后二位；若碳含量小于 0.10% 时，表示至小数点后三位。

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，精密度试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

$w_c/\%$	0.0027	0.0107	0.104	0.190
$r/\%$	0.0006	0.0014	0.014	0.022

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，精密度试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。精密度试验原始数据参见附录A。

表 2 再现性限

$w_c/\%$	0.0027	0.0107	0.104	0.190
$R/\%$	0.0008	0.0025	0.016	0.024

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。

(资料性)
精密度试验原始数据

精密度数据是在 2021 年由 11 家实验室对碳含量的 4 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碳含量在重复性条件下独立测定 7 次。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	原始数据(单位:%)						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1#	0.00270	0.00263	0.00240	0.00280	0.00231	0.00271	0.00248
	2#	0.00996	0.0100	0.00982	0.0104	0.00977	0.00970	0.0105
	3#	0.0974	0.108	0.105	0.104	0.105	0.112	0.105
	4#	0.180	0.195	0.179	0.170	0.187	0.191	0.195
2	1#	0.00340	0.00352	0.00262	0.00345	0.00355	0.00307	0.00288
	2#	0.0117	0.0125	0.0113	0.0114	0.0109	0.0108	0.0121
	3#	0.0988	0.0949	0.0967	0.0954	0.108	0.0998	0.105
	4#	0.186	0.182	0.196	0.190	0.187	0.191	0.189
3	1#	0.00282	0.00241	0.00269	0.00258	0.00243	0.00244	0.00245
	2#	0.0118	0.0110	0.0112	0.0111	0.0110	0.0122	0.0114
	3#	0.0949	0.0961	0.0954	0.102	0.0971	0.0972	0.104
	4#	0.182	0.217	0.201	0.190	0.203	0.186	0.182
4	1#	0.00271	0.00265	0.00255	0.00280	0.00261	0.00274	0.00264
	2#	0.00984	0.00989	0.00992	0.00979	0.00964	0.00981	0.00987
	3#	0.0998	0.103	0.104	0.109	0.114	0.112	0.107
	4#	0.194	0.191	0.184	0.187	0.189	0.199	0.194
5	1#	0.00249	0.00282	0.00248	0.00233	0.00274	0.00249	0.00252
	2#	0.0111	0.0108	0.0101	0.0110	0.0102	0.0101	0.00990
	3#	0.108	0.0998	0.0990	0.0990	0.108	0.0989	0.0974
	4#	0.190	0.197	0.190	0.187	0.197	0.195	0.198
6	1#	0.00375	0.00405	0.00356	0.00368	0.00327	0.00354	0.00416
	2#	0.0115	0.0111	0.0115	0.0116	0.0122	0.0115	0.0121
	3#	0.107	0.103	0.0980	0.107	0.106	0.102	0.111
	4#	0.186	0.196	0.190	0.182	0.193	0.196	0.195
7	1#	0.00278	0.00275	0.00281	0.00269	0.00272	0.00283	0.00290
	2#	0.0118	0.0122	0.0114	0.0109	0.0133	0.0123	0.0113
	3#	0.106	0.109	0.0966	0.113	0.112	0.108	0.112
	4#	0.181	0.185	0.178	0.192	0.197	0.185	0.183

表A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	样品水平	原始数据(单位:%)						
-----	------	------------	--	--	--	--	--	--

		1	2	3	4	5	6	7
8	1#	0.00248	0.00239	0.00255	0.00274	0.00265	0.00249	0.00270
	2#	0.00995	0.00989	0.0102	0.00979	0.00998	0.00986	0.0101
	3#	0.0998	0.108	0.109	0.102	0.0994	0.104	0.110
	4#	0.185	0.194	0.188	0.178	0.196	0.192	0.172
9	1#	0.00515	0.00507	0.00499	0.00506	0.00525	0.00531	0.00508
	2#	0.0111	0.0109	0.0104	0.0108	0.0101	0.0110	0.0102
	3#	0.112	0.106	0.107	0.113	0.113	0.105	0.0999
	4#	0.192	0.190	0.197	0.203	0.187	0.208	0.201
10	1#	0.00271	0.00283	0.00291	0.00243	0.00283	0.00242	0.00289
	2#	0.0105	0.0112	0.0107	0.00995	0.0104	0.00961	0.0116
	3#	0.0951	0.113	0.106	0.0979	0.108	0.111	0.0984
	4#	0.186	0.197	0.171	0.185	0.172	0.191	0.183
11	1#	0.00284	0.00263	0.00242	0.00282	0.00231	0.00271	0.00248
	2#	0.00926	0.0101	0.00982	0.0104	0.0103	0.00957	0.0109
	3#	0.110	0.103	0.0996	0.104	0.107	0.106	0.101
	4#	0.190	0.184	0.189	0.175	0.183	0.171	0.187