

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

钨基高比重合金化学分析方法

第2部分：铁、镍、铜含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten base, high-density alloys—

Part 2: Determination of iron, nickel, copper contents—

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(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 XXXX《钨基高比重合金化学分析方法》的第2部分。YS/T XXXX已经发布了以下部分:

- 第1部分:钨含量的测定 辛克宁重量法;
- 第2部分:铁、镍、铜含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第3部分:铝、镁、钙含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

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、国合通用(青岛)测试评价有限公司、广东省工业分析检测中心、北矿检测技术有限公司、宝钛集团有限公司、酒泉钢铁(集团)有限责任公司、研迈电子材料(上海)有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司。

本文件主要起草人:宋玉芳、李甜、张宇鑫、薛婷婷、郭飞、唐清、陈浩楠、韩雨青、马婉莹、齐长清。

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

钨基高比重合金是以钨为基体材料加入少量镍、铜、铁等金属黏结剂组成的一种合金材料。这种材料在密度、强度、硬度、延展性、导电/热性等物理性能中都有显著的特点，因而在国防工业、航空航天工业，医疗行业、电气行业等行业中得到广泛的应用。研究表明，高比重合金的理化性能与其化学成分之间有着密切联系：高比重合金中镍是活化元素，可以降低烧结温度；铜或铁的加入可以减小钨在镍中的溶解度，有效阻止形成 β 脆性相，提高合金的强度和韧性。因此，为了保证钨基高比重合金批量生产的质量，规范钨基高比重合金产品市场、确保产品的质量稳定性，亟需建立一套针对高比重合金、符合其含量范围的成分化学分析的标准方法。电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES）具有准确度高和精密度好、检出限低、检测速度快、线性范围宽等优点，已经在分析检测领域广泛应用。本文件采用电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES）测定高比重钨合金中铁、镍、铜元素含量。YS/T XXXX旨在通过实验研究建立一整套切实可行的钨基高比重合金化学分析方法标准，拟由以下3个部分组成：

- 第1部分：钨含量的测定 辛克宁重量法；
- 第2部分：铁、镍、铜含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第3部分：铝、镁、钙含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本文件的制定为钨基高比重合金中铁、镍和铜含量的测定提供了重要依据，对于研究产品的理化性能、把控产品质量等具有十分重要的意义，能够在一定程度上加强产品质量基础，为质量升级提供支撑。

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

钨基高比重合金化学分析方法

第2部分：铁、镍、铜含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本文件规定了钨基高比重合金中铁、镍、铜含量的测定方法。
本文件适用于高比重合金中铁、镍、铜含量的测定。测定范围见表1。

表1 测定范围

元素	测定范围 %
Fe	0.50~5.00
Ni	1.00~8.00
Cu	1.00~5.00

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
- GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

试料经氢氟酸和硝酸溶解后，在稀酸介质中，由氩气（5.9）带入等离子体炬焰中，经气化、电离、激发并辐射出特征谱线，在一定浓度范围内，铁、镍、铜元素特征谱线的强度与其浓度成正比，按工作曲线法计算铁、镍、铜元素的浓度，以质量分数表示测定结果。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

- 5.1 水，GB/T 6682，二级。
- 5.2 硝酸（ $\rho=1.42$ g/mL）。
- 5.3 氢氟酸（ $\rho=1.14$ g/mL）。
- 5.4 高纯钨（ $w_{\text{c}} \geq 99.99\%$ ）。
- 5.5 铜标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属铜（ $w_{\text{cu}} \geq 99.99\%$ ），置于 300 mL 烧杯中，缓慢加入 20 mL 硝酸（1+1），盖上表面皿，低温加热至完全溶解，取下，冷却，移入 100 mL 塑料容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1000 μ g 铜。
- 5.6 铁标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属铁（ $w_{\text{fe}} \geq 99.99\%$ ），置于 300 mL 烧杯中，缓慢加入 20 mL 硝酸（1+1），盖上表面皿，低温加热至完全溶解，取下，冷却，移入 100 mL 塑料容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1000 μ g 铁。

YS/T XXXX. 2—XXXX

5.7 镍标准贮存溶液：称取 0.2000 g 金属镍 ($w_{Ni} \geq 99.99\%$)，置于 300 mL 烧杯中，缓慢加入 20 mL 硝酸 (1+1)，盖上表面皿，低温加热至完全溶解，取下，冷却，移入 100 mL 塑料容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 2000 μg 镍。

5.8 混合标准溶液：移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液 (5.5)、10.00 mL 铁标准贮存溶液 (5.6)、10.00 mL 镍标准贮存溶液 (5.7) 到 100 mL 塑料容量瓶中，加入 5 mL 硝酸 (5.2)，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铜、铁，200 μg 镍。

5.9 氩气 (体积分数不小于 99.995%)。

6 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪，具备耐氢氟酸进样系统。仪器在 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%。钨基高比重合金中各待测元素的推荐分析谱线见表 2。

表 2 测定钨基高比重合金中各元素的分析谱线

元素	波长 nm
Fe	327.395, 324.754
Ni	238.204, 259.940
Cu	231.604

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 0.10 g 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

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将称取的试料 (8.1) 置于 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中，以少许水湿润，加入 5 mL 氢氟酸 (5.3)，5 mL 硝酸 (5.2)，待剧烈反应停止后，于电热板上加热至溶解完全，取下冷却至室温，移入 250 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 依次测定空白溶液 (8.3) 和试液 (8.4.1)，软件自动进行数据处理，计算并输出空白溶液及样品溶液中各待测元素的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 称取 7 份 0.036 g 高纯钨 (5.4) 于一组 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，按步骤 8.4.1 将其溶解完全，取下冷却至室温，转移到 100 mL 塑料容量瓶中。依次加入 0 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 混合标准溶液 (5.8)，用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 将工作曲线标准溶液(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铁、镍、铜元素的发射强度。以铁、镍、铜的质量浓度为横坐标,发射强度为纵坐标,绘制工作曲线,工作曲线线性相关系数不小于0.999。

9 试验数据处理

各待测元素含量以其质量分数 w_x 计, x 表示待测元素,按公式(1)计算:

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

式中:

ρ_x ——测得分析试液中各待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——测得空白试液中各待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液定容体积,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,在表3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3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3 重复性限

元素	$w_x/\%$	$r/\%$
Fe	0.85	0.06
	1.44	0.07
	3.33	0.13
Ni	1.83	0.08
	3.21	0.10
	3.43	0.11
	5.50	0.15
Cu	6.42	0.17
	1.53	0.08
	3.30	0.10

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,在表4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4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 4 再现性限

元素	$w_r/\%$	$R/\%$
Fe	0.85	0.09
	1.44	0.13
	3.33	0.14
Ni	1.83	0.11
	3.21	0.15
	3.43	0.17
	5.50	0.19
Cu	6.42	0.20
	1.53	0.10
	3.30	0.16

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 样品；
- 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)
精密度试验原始数据

精密度数据是在 2022 年由 6 家实验室对 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样品在重复性条件下独立测定 11 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	元素	w _c /%										
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1#	Fe	0.84	0.84	0.85	0.84	0.86	0.84	0.84	0.86	0.84	0.86	0.85
		Ni	1.81	1.79	1.84	1.83	1.820	1.81	1.79	1.85	1.82	1.80	1.80
	2#	Cu	1.55	1.53	1.56	1.54	1.55	1.54	1.56	1.53	1.54	1.51	1.55
		Ni	3.27	3.20	3.20	3.22	3.28	3.26	3.22	3.23	3.24	3.30	3.28
	3#	Cu	3.32	3.33	3.34	3.37	3.28	3.32	3.33	3.33	3.36	3.27	3.31
		Ni	6.55	6.37	6.39	6.53	6.38	6.55	6.36	6.56	6.58	6.39	6.56
	4#	Fe	3.42	3.28	3.42	3.39	3.28	3.42	3.28	3.42	3.28	3.25	3.42
		Ni	5.43	5.44	5.42	5.53	5.39	5.54	5.46	5.53	5.53	5.51	5.52
	5#	Fe	1.52	1.49	1.45	1.38	1.41	1.45	1.46	1.49	1.51	1.46	1.49
		Ni	3.51	3.52	3.42	3.44	3.43	3.41	3.46	3.53	3.54	3.45	3.46
2	1#	Fe	0.83	0.80	0.88	0.87	0.85	0.86	0.83	0.82	0.84	0.87	0.85
		Ni	1.81	1.81	1.81	1.86	1.79	1.80	1.85	1.82	1.85	1.80	1.84
	2#	Cu	1.55	1.57	1.55	1.54	1.55	1.57	1.53	1.52	1.53	1.54	1.52
		Ni	3.28	3.25	3.22	3.21	3.21	3.23	3.25	3.22	3.23	3.25	3.22
	3#	Cu	3.33	3.29	3.30	3.26	3.27	3.29	3.31	3.28	3.29	3.30	3.29
		Ni	6.39	6.41	6.38	6.42	6.45	6.45	6.46	6.42	6.40	6.41	6.44
	4#	Fe	3.36	3.29	3.35	3.32	3.35	3.34	3.36	3.38	3.37	3.35	3.34
		Ni	5.51	5.52	5.46	5.53	5.48	5.47	5.47	5.51	5.54	5.47	5.46
	5#	Fe	1.49	1.48	1.51	1.50	1.49	1.47	1.46	1.48	1.49	1.47	1.48
		Ni	3.49	3.53	3.48	3.48	3.49	3.48	3.48	3.49	3.47	3.48	3.46
3	1#	Fe	0.84	0.79	0.80	0.81	0.87	0.81	0.83	0.85	0.82	0.84	0.86
		Ni	1.87	1.77	1.74	1.84	1.82	1.79	1.80	1.78	1.83	1.84	1.78
	2#	Cu	1.61	1.58	1.62	1.56	1.68	1.59	1.57	1.59	1.58	1.56	1.59
		Ni	3.16	3.22	3.27	3.29	3.18	3.19	3.20	3.25	3.24	3.19	3.26
	3#	Cu	3.41	3.32	3.38	3.42	3.40	3.39	3.36	3.35	3.31	3.34	3.32
		Ni	6.34	6.35	6.38	6.34	6.39	6.37	6.39	6.40	6.38	6.37	6.41
	4#	Fe	3.34	3.36	3.37	3.38	3.41	3.42	3.32	3.39	3.36	3.35	3.37
		Ni	5.50	5.58	5.48	5.47	5.56	5.58	5.49	5.50	5.52	5.53	5.54
	5#	Fe	1.47	1.39	1.40	1.45	1.41	1.42	1.42	1.45	1.39	1.45	1.43
		Ni	3.42	3.39	3.38	3.37	3.39	3.38	3.39	3.42	3.45	3.43	3.40
4	1#	Fe	0.82	0.82	0.86	0.82	0.87	0.83	0.86	0.89	0.86	0.83	0.86
		Ni	1.76	1.77	1.80	1.78	1.80	1.76	1.84	1.97	1.82	1.77	1.82
	2#	Cu	1.47	1.62	1.48	1.55	1.57	1.49	1.57	1.57	1.53	1.58	1.52
		Ni	3.12	3.27	3.16	3.20	3.25	3.19	3.23	3.23	3.10	3.20	3.13
	3#	Cu	3.28	3.24	3.36	3.27	3.37	3.37	3.25	3.27	3.23	3.29	3.22
		Ni	6.37	6.41	6.59	6.39	6.36	6.45	6.53	6.50	6.32	6.43	6.45
	4#	Fe	3.29	3.31	3.31	3.34	3.24	3.44	3.48	3.38	3.34	3.35	3.30
		Ni	5.45	5.50	5.46	5.57	5.30	5.70	5.52	5.53	5.52	5.54	5.52
	5#	Fe	1.43	1.42	1.47	1.49	1.47	1.49	1.48	1.46	1.45	1.48	1.47
		Ni	3.41	3.40	3.50	3.40	3.42	3.43	3.43	3.48	3.47	3.44	3.43

表 A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	样品水平	元素	$w_r/\%$										
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
5	1#	Fe	0.85	0.82	0.87	0.84	0.83	0.83	0.82	0.86	0.84	0.81	0.85
		Ni	1.91	1.88	1.90	1.93	1.88	1.91	1.88	1.89	1.85	1.89	1.86
	2#	Cu	1.50	1.48	1.51	1.49	1.50	1.49	1.51	1.48	1.49	1.51	1.50
		Ni	3.15	3.10	3.11	3.12	3.18	3.15	3.13	3.14	3.14	3.18	3.15
	3#	Cu	3.22	3.23	3.24	3.27	3.28	3.22	3.23	3.23	3.26	3.20	3.21
		Ni	6.36	6.36	6.35	6.43	6.45	6.45	6.37	6.37	6.38	6.35	6.42
	4#	Fe	3.32	3.26	3.35	3.29	3.26	3.32	3.26	3.35	3.28	3.27	3.30
		Ni	5.42	5.37	5.48	5.43	5.37	5.42	5.47	5.42	5.43	5.38	5.38
	5#	Fe	1.36	1.37	1.40	1.36	1.35	1.35	1.36	1.37	1.32	1.36	1.37
		Ni	3.31	3.38	3.36	3.37	3.36	3.36	3.36	3.31	3.37	3.35	3.36
6	1#	Fe	0.92	0.90	0.85	0.84	0.90	0.92	0.92	0.94	0.94	0.91	0.86
		Ni	1.79	1.82	1.77	1.84	1.79	1.83	1.84	1.80	1.85	1.82	1.80
	2#	Cu	1.56	1.54	1.56	1.52	1.58	1.56	1.56	1.53	1.53	1.54	1.54
		Ni	3.23	3.27	3.24	3.20	3.18	3.29	3.31	3.30	3.23	3.24	3.25
	3#	Cu	3.30	3.28	3.34	3.35	3.29	3.34	3.29	3.32	3.33	3.29	3.30
		Ni	6.43	6.34	6.44	6.47	6.45	6.54	6.46	6.55	6.40	6.45	6.48
	4#	Fe	3.31	3.32	3.28	3.33	3.33	3.35	3.26	3.32	3.24	3.34	3.32
		Ni	5.50	5.52	5.50	5.58	5.61	5.54	5.60	5.55	5.49	5.61	5.58
	5#	Fe	1.44	1.44	1.45	1.44	1.43	1.43	1.42	1.44	1.44	1.43	1.43
		Ni	3.42	3.42	3.44	3.40	3.43	3.45	3.46	3.41	3.41	3.41	3.50