

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.3—202X

钨基高比重合金化学分析方法

第3部分：铝、镁、钙含量的测定

电感耦合等离子体质谱法

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

Part 3: Determination of aluminum, magnesium, calcium contents —

Inductively coupled plasma mass 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3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、广东省科学院工业分析检测中心、国合通用（青岛）测试评价有限公司、宝钛集团有限公司、湖南航天天麓新材料检测有限责任公司、研迈电子材料（上海）有限公司。

本文件主要起草人：孙海峰、赵霞、李甜、田佳、栗生辰、周明俊、王津、刘含笑、杨雪茹、冯婧、李丹、王鹏鹏、叶翼鼎。

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

钨基高比重合金由于具有密度高、硬度大、熔点高，出色的耐磨性、高极限抗拉强度、耐高温、同时又具有足够的韧性以及热膨胀系数小、可焊性好等一系列优异的物理、力学性能而在尖端科学领域、国防工业和民用工业中都得到了广泛应用。在航天航空工业中用作陀螺转子、惯性件、飞机配重件；在军事上用作穿甲弹、导弹弹头；在电气工业中用作压电热敏粗砧块材料、触头材料；在压铸工业中用作压铸模材料等。钨基高比重合金的综合性能与其化学成分之间有着密切关系，微量杂质元素对钨基高比重合金性能有重要影响。因此，准确测定钨基高比重合金中杂质元素的含量至关重要。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铝、镁、钙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、把控产品质量、减少供应商和客户之间因检测误差造成的商业纠纷、助力钨基高比重合金产业化发展具有十分重要的作用。在一定程度上能够加强产品质量基础，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3部分：铝、镁、钙含量的测定

### 电感耦合等离子体质谱法

#### 1 范围

本文件规定了钨基高比重合金中铝、镁、钙含量的测定方法。  
本文件适用于钨基高比重合金中铝、镁、钙含量的测定。测定范围为0.0010%~0.010%。

#### 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

试料经硝酸、氢氟酸溶解，加内标溶液，稀释至一定体积，电感耦合等离子体质谱仪直接测定，按工作曲线法计算各元素的含量。以内标法校正仪器漂移和基体效应对测定结果的影响。

#### 5 试剂

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 6682，一级。
- 5.2 氢氟酸（ $\rho=1.14\text{ g/mL}$ ）。
- 5.3 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）。
- 5.4 标准贮存溶液：铝、镁、钙、钨采用有效期内证书的单元素标准贮存溶液，质量浓度为 $100\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。
- 5.5 混合标准溶液：分别移取 $1.00\text{ mL}$ 铝、镁、钙标准贮存溶液（5.4）于 $100\text{ mL}$ 容量瓶中，加入 $5\text{ mL}$ 硝酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 $1\text{ mL}$ 分别含 $1\text{ }\mu\text{g}$ 铝、镁、钙。
- 5.6 钨内标溶液：移取 $1.00\text{ mL}$ 钨标准贮存溶液（5.4）于 $100\text{ mL}$ 容量瓶中，加入 $5\text{ mL}$ 硝酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 $1\text{ mL}$ 含 $1\text{ }\mu\text{g}$ 钨。

#### 6 仪器

电感耦合等离子体质谱仪，配备耐氢氟酸进样系统及碰撞反应池系统。在仪器最佳工作条件下，凡达到下列指标者均可使用：

- 质量分辨率不大于 $0.8\text{ u}$ ；
- 短期稳定性： $10\text{ ng/mL}$ 的钨标准溶液连续测量10次，信号强度的相对标准偏差不超过3%。

## 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 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 1 mL 氢氟酸 (5.2) 和 2 mL 硝酸 (5.3)，置于电热板上加热至溶解完全，取下，冷却至室温。移入 100 mL 塑料容量瓶中，加入 1.00 mL 钪内标溶液 (5.6)，用水稀释至刻度，混匀。

注：钪内标溶液 (5.6) 也可采用在线方式加入。

8.4.2 依次测定空白溶液 (8.3) 及试料溶液 (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杂质元素的质量浓度。

## 8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 混合标准溶液 (5.5)，分别置于一系列 100 mL 塑料容量瓶中，溶液中的酸性成分及钪内标溶液 (5.6) 的加入方式应与试料溶液 (8.4.1) 一致，用水稀释至刻度，摇匀。根据实际情况可适当增加或调整工作曲线的浓度值。系列标准溶液应现配。

8.5.2 校准仪器，并建立数据采集方案。该方案包括但不限于：选择测定模式、选择待测元素同位素（推荐质量数见表 1）、设定积分时间等。

表 1 各元素推荐质量数

元素	同位素质量数
铝	27
镁	24
钙	40 / 44 / 43

8.5.3 由低浓度到高浓度依次测定系列标准溶液 (8.5.1)。以待测元素的质量浓度为横坐标，待测元素与内标元素信号强度的比值为纵坐标，绘制标准工作曲线。各元素工作曲线线性相关系数应不小于 0.999。

## 9 试验数据处理

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

$$w_x = \frac{(\rho_x - \rho_0) \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\rho_x$ ——测得试料溶液中各待测元素的浓度，单位为纳克每毫升 (ng/mL)；



$\rho_0$ ——测得空白溶液中各待测元素的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

$V$ ——试料溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$m$ ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果保留两位有效数字。数值修约按照 GB/T 8170 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2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 重复性限

元素	$w_x/\%$	$r/\%$
铝	0.0021	0.0002
	0.0072	0.0007
镁	0.0021	0.0003
	0.0071	0.0005
钙	0.0021	0.0004
	0.0072	0.0006

### 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3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 再现性限

元素	$w_x/\%$	$R/\%$
铝	0.0021	0.0003
	0.0072	0.0009
镁	0.0021	0.0006
	0.0071	0.0009
钙	0.0021	0.0006
	0.0072	0.0009

## 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 5 家实验室对铝、镁、钙含量的 2 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铝、钙、镁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.3。

表 A.1 铝精密度数据

实验室	样品水平	$w_{Al}/\%$						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1#	0.0020	0.0021	0.0020	0.0021	0.0021	0.0021	0.0020
	2#	0.0071	0.0071	0.0072	0.0070	0.0071	0.0074	0.0072
2	1#	0.0022	0.0021	0.0021	0.0021	0.0020	0.0021	0.0021
	2#	0.0076	0.0077	0.0071	0.0074	0.0070	0.0071	0.0069
3	1#	0.0021	0.0021	0.0021	0.0021	0.0021	0.0022	0.0022
	2#	0.0075	0.0075	0.0073	0.0073	0.0072	0.0071	0.0070
4	1#	0.0024	0.0023	0.0021	0.0022	0.0022	0.0023	0.0024
	2#	0.0071	0.0072	0.0073	0.0069	0.0072	0.0075	0.0073
5	1#	0.0021	0.0022	0.0023	0.0021	0.0021	0.0022	0.0021
	2#	0.0070	0.0072	0.0074	0.0071	0.0070	0.0072	0.0071

表 A.2 镁精密度数据

实验室	样品水平	$w_{Mg}/\%$						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1#	0.0022	0.0021	0.0020	0.0021	0.0022	0.0023	0.0021
	2#	0.0071	0.0072	0.0070	0.0072	0.0070	0.0071	0.0072
2	1#	0.0022	0.0022	0.0022	0.0021	0.0020	0.0021	0.0021
	2#	0.0073	0.0077	0.0073	0.0074	0.0069	0.0071	0.0076
3	1#	0.0019	0.0018	0.0019	0.0018	0.0018	0.0018	0.0017
	2#	0.0069	0.0068	0.0068	0.0068	0.0068	0.0067	0.0067
4	1#	0.0023	0.0023	0.0022	0.0022	0.0022	0.0023	0.0024
	2#	0.0072	0.0071	0.0072	0.0070	0.0073	0.0076	0.0073
5	1#	0.0020	0.0020	0.0021	0.0023	0.0020	0.0022	0.0021
	2#	0.0074	0.0072	0.0072	0.0070	0.0071	0.0072	0.0071

表 A.3 钙精密度数据

实验室	样品水平	$w_{Ca}/\%$						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1#	0.0022	0.0023	0.0025	0.0025	0.0020	0.0023	0.0024
	2#	0.0075	0.0072	0.0071	0.0073	0.0073	0.0077	0.0070
2	1#	0.0021	0.0021	0.0020	0.0019	0.0021	0.0021	0.0020
	2#	0.0076	0.0074	0.0077	0.0071	0.0073	0.0074	0.0074
3	1#	0.0020	0.0017	0.0021	0.0018	0.0017	0.0021	0.0021
	2#	0.0069	0.0072	0.0067	0.0067	0.0068	0.0068	0.0068
4	1#	0.0024	0.0022	0.0021	0.0023	0.0022	0.0024	0.0025
	2#	0.0072	0.0073	0.0076	0.0070	0.0074	0.0075	0.0074
5	1#	0.0022	0.0020	0.0023	0.0021	0.0020	0.0020	0.0021
	2#	0.0071	0.0071	0.0071	0.0072	0.0071	0.0073	0.0070