

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXX.1—202X

银钨合金化学分析方法 第1部分：银含量的测定 电位滴定法

Methods for chemical analysis of silver tungsten alloy –
Part 1 Determination of Silver Content –
potentiometric titration

(审定稿)

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。

本文件为YS/T xxxx的第1部分。YS/T xxxx《银钨合金化学分析方法》分为如下部分：

- 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 钨酸铵重量法；
- 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 高频加热红外吸收法。

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、中铝材料应用研究院有限公司、江西省汉氏贵金属有限公司、广东省工业分析检测中心、贵研铂业股份有限公司、福建紫金矿业测试技术有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、西安汉唐分析检测有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、北矿检测技术有限公司。

本文件主要起草人：张晓、王倩、徐青、张金娥、郁丰善、黄秋玲、钱彦林、黄国勇、张永进、杨辉、林翠芳、鲍叶琳、卓毓瑞、刘雷雷、刘含笑、刘宇。

银钨合金化学分析方法

第1部分 银含量的测定

电位滴定法

1 范围

本文件规定了银钨合金中银含量的测定方法。
本文件适用于银钨合金中银含量的测定。测定范围：质量分数20%~80%。

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
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 602 化学试剂杂质测定用标准溶液的配制

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料以硫酸-硫酸铵溶解样品，在酸性介质中，用氯化钠标准滴定液进行电位滴定至电位突跃，根据消耗的氯化钠标准滴定液体积来计算样品中银的含量。

5 试剂

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规定的二级水。

5.1 纯银（ $w_{\text{Ag}} \geq 99.99\%$ ）。

5.2 氯化钠。

5.3 硫酸铵。

5.4 硫酸（ ρ 1.84 g/ml）。

5.5 氯化钠标准滴定液

5.5.1 配制：称取5.8 g氯化钠于200 mL烧杯中，加入100 mL水溶解，转移至2000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.5.2 标定：称取0.10 g纯银于250 mL烧杯中，按8.4实验方法进行实验，于电位滴定仪上用氯化钠滴定至电位滴定仪电位突跃点，记录氯化钠滴定溶液消耗体积V。

按式（1）计算氯化钠标准滴定溶液对银的滴定度T，单位为毫克每毫升（mg/mL）。

$$T = \frac{m}{V} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

T ——氯化钠标准滴定溶液对银的滴定度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

m ——纯银的称样量，单位为克（g）。

V ——氯化钠标准滴定溶液消耗的体积，单位为毫升（mL）；

1000——单位换算系数。

平行标定三份，三份标定结果极差值不应大于0.01 mg/mL，取其平均值。计算结果保留四位有效数字。

6 仪器设备

自动电位滴定仪，附搅拌装置、与仪器匹配的银电极。

7 样品

样品制成不大于1 mm的屑状或粉状。

8 分析步骤

8.1 试料

按表1称取样品(7)，精确至0.0001 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验。

8.3 测定

称取试料（8.1）置于 250 mL 干燥烧杯中，按表 1 加入硫酸铵（5.3），8 mL 硫酸（5.4），盖上表面皿，加热至浓白烟在烧杯内回流，样品溶解完全后，继续回流直至溶液澄清透明，取下、稍冷，趁温热用少量水吹洗表面皿和杯壁，并缓慢加水至 150 mL。

用氯化钠标准滴定溶液（5.5）滴定至电位滴定仪上发生明显电位突跃为终点，记录氯化钠滴定溶液消耗体积。

表 1 试料量和硫酸铵加入量

银的质量分数 %	试料量 g	硫酸铵加入量 g
20~30	0.40g	5g
>30~80	0.20g	3g

9 分析结果的计算

银的含量以元素的质量分数 w_{Ag} 计，以%表示，按式（2）计算：

$$w_{Ag} = \frac{T \times V_1 \times 10^{-3}}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

T——氯化钠滴定溶液对银的滴定度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

*m*₁——称取试料的质量，单位为克（g）；

*V*₁——滴定试料所消耗的氯化钠滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

所得结果保留至小数点后两位。

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，在以下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*)的情况不超过 5%，重复性限(*r*)按照表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 重复性限

<i>w</i> / %	18.91	37.36	51.56	80.51
<i>r</i> / %	0.25	0.31	0.34	0.40

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，在以下给出的平均值范围内，这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。

表3 再现性限

<i>w</i> / %	18.91	37.36	51.56	80.51
<i>R</i> / %	0.36	0.40	0.61	0.83

11 本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察的异常现象；
- 试验日期。

