

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

编制说明
（审定稿）

2021 年 11

银钨合金化学分析方法

第 1 部分：银含量的测定

编制说明（审定稿）

一、工作简况

1.1 任务来源

根据工业和信息化部办公厅《关于印发贵金属分标准化技术委员会 2019 年年会会议纪要的通知》（工信厅科函〔2019〕126 号）的文件精神，行业标准《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》由全国有色金属标准化技术委员会负责归口，由国合通用测试评价认证股份公司、国标（北京）检验认证有限公司牵头起草。该项目计划编号为 2019-0448T-YS，项目计划完成时间为 2021 年 12 月。

1.2 主要参加单位和工作组成员及其工作

本文件起草单位有：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、福建紫金矿冶测试技术有限公司、有研亿金新材料有限公司、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。

其中国标（北京）检验认证有限公司负责统一样品的收集和分发，分析方法的实验研究，样品测试结果的收集和处理，标准文本、试验报告和编制说明的撰写。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为一验单位，负责对试验报告中的条件实验进行验证，提供精密度和准确度测试数据，并对标准文本提出修改意见。福建紫金矿冶测试技术有限公司、有研亿金新材料有限公司、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为二验单位，负责提供精密度试验数据，并对标准文本提出修改意见。

本文件主要起草人有：

各起草人在该标准编制过程中的工作职责见表 1 所示：

表 1 各起草人的工作职责

起草人姓名	工作职责
-------	------

<p>张晓，徐青，王倩，陈雄飞</p>	<p>标准工作前期调研、申报、样品搜集、实验方案的确定、标准文本和编制说明的编写、数理统计计算 重复性限和再现性限</p>
<p>张金娥，郁丰善，黄秋玲，钱彦林，黄国勇，张永进，杨辉，陈小兰</p>	<p>承担一验的主要工作，包括对实验条件试验、实验步骤、试剂材料等的验证，并进行实验样品精密密度试验并提供精密密度数据标准文本、编制说明提出修改意见。</p>
<p>林翠芳，鲍叶琳，卓毓瑞、刘雷雷，刘含笑，刘宇，林韶阳</p>	<p>承担二验的主要工作，进行实验样品精密密度试验并提供精密密度数据，对标准文本、编制说明提出修改意见。</p>

起草单位国合通用测试评价认证股份公司于 2017 年 8 月 17 日成立，注册资金 5 亿元，其实际控制人为有研科技集团有限公司，是我国有色金属行业规模最大的综合性研究开发机构之一。公司自成立以来，承担着“国家新材料测试评价平台-主中心”建设项目，积极整合完善现有测试评价、设计应用、大数据等平台资源，逐步形成立足北京、布点全国、服务全行业的国家新材料测试评价平台。国标（北京）检验认证有限公司作为国合通用测试评价认证股份公司的全资子公司，前身是北京有色金属研究总院分析测试技术研究所，是国家有色金属行业最知名的第三方检验机构。国标（北京）检验认证有限公司运营管理着国家有色金属及电子材料分析测试中心和有色金属质量监督检验中心，拥有一支基础理论扎实、实践经验丰富的研究和服务队伍，自 2004 年至今共承担了国家科技支撑计划、国家 863 计划、国家自然科学基金、军工配套等省部级科技项目 40 余项；曾获国家科技进步奖 6 项，国家发明奖 3 项，省部级科技进步一等奖 10 项，二、三等奖 107 项；近 5 年获得国家发明专利 20 余项；负责和参加起草制订分析方法国家标准、行业标准 300 余项；国家标准物质/标准样品 120 个，在国内外科技期刊上发表论文 800 余篇，撰写论著 22 部。

1.3 主要工作过程

国标（北京）检验认证有限公司在接到该标准制订任务后，立即组织骨干人员成立了标准编制组，制定了该标准的研究内容、技术路线、任务分工和进度安排。主要工作过程经历以下阶段：

1.3.1 起草阶段

(1) 任务落实：

2019年10月29日~31日全国有色金属标准化技术委员会在山东省泰安市召开了全国有色金属标准化技术委员会2019年度年会，会上对《银钨合金化学分析方法》系列标准进行了任务落实。确定了由国合通用测试评价认证股份公司、国标（北京）检验认证有限公司负责《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》的起草工作，由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、福建紫金矿冶测试技术有限公司、有研亿金新材料有限公司、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10家单位协助起草。会上确定采用电位滴定法测定银钨合金中质量分数为20.00%~80.00%的银含量，同时确定了样品提供单位、制订计划、时间节点等事项，并形成了任务落实会的会议纪要。

(2) 样品收集及试验研究：

2019年11月~2020年12月国标（北京）检验认证有限公司负责样品的收集，共收集到3种试验样品，经检验成分均匀，可以作为该标准试样研究的统一样品。

2020年9月~2021年5月本编制组开展了大量试验研究工作，包括溶样酸用量的考察、硫酸铵的用量考察、共存元素干扰情况的研究，以及精密度试验和准确度试验，形成了标准文本、试验报告和编制说明的讨论稿。

1.3.2 讨论会

2021年3月16日~18日全国有色金属标准化技术委员会在海南省琼海市召开有色金属标准工作会议，会上专家对讨论稿进行了讨论，主要讨论了样品均匀性问题，对于均匀性不好的样品可以继续增大称样量。

1.3.3 征求意见阶段

2021年4月研制组根据讨论会意见进行了研究，形成征求意见稿，2021年5月~2021年9月，各验证单位完成验证，并返回验证报告和意见，详见表2。

表2 验证意见表

序号	标准章 条编号	意见内容	提出单位	处理意见	备注
1	8.3	溶样之前，烘干烧杯，防止硫酸冒烟时发生迸溅	中铝材料应用研究院有限公司	采纳	已修改为“称取试料(8.1)置于250 mL干燥烧杯中，按表1加入硫酸

序号	标准章 条编号	意见内容	提出单位	处理意见	备注
					铵(5.3), 8 mL 硫酸(5.4)”
2	8.3	本方法中溶解试样方法为“加热至浓白烟在烧杯内回流, 样品溶解完全后, 继续回流 30 min, 取下、稍冷”, 但在实际溶样过程中, 本单位发现试样溶解时受温度影响较大, 仅通过回流时间控制可能导致部分高含量银钨合金尚未完全溶解就已取下, 建议改为“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”。	广东省工业分析检测中心	采纳	已修改为“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。”
3	8.3	可适当增加硫酸和硫酸铵的量, 以提高试样溶解速率和减少白色或浅黄色沉淀析出。	贵研铂业股份有限公司	不采纳	已在条件实验中进行验证, 加入硫酸量过多, 会影响滴定终点, 硫酸铵已经是足量, 且沉淀对滴定终点无影响
4	8.3	滴定时烧杯底部有沉淀, 是否增加相关条件实验。	贵研铂业股份有限公司	不采纳	沉淀主要是氯化银沉淀和钨水解产生的沉淀, 因产生的沉淀对银的回收率无影响, 因此并不考虑此问题
5		3#样品经反复测试与给定值有差异, 致使合成样也与给定值有差异, 是否应该提供相关含量的样品测试。	贵研铂业股份有限公司	采纳	已经对 3 号样品复测
6	5.5.2	在“5.5.2 标定”中增加平行标定三份数据的极差限制。	福建紫金矿业测试技术有限公司	采纳	已修改为“平行标定三份, 三份标定结果极差值不应大于 0.01 mg/mL,

序号	标准章 条编号	意见内容	提出单位	处理意见	备注
					取其平均值。”
7	8.3	溶解样品时并未加入少量水润湿样品。原因是，稍后加热冒硫酸烟时，热硫酸和水易发生迸溅。	有研亿金新材料有限公司	采纳	已修改为“称取试料（8.1）置于 250 mL 干燥烧杯中”
8	8.3	滴定前加 5mL 淀粉溶液（10g/L），淀粉可以防止沉淀聚集，不加淀粉，有大块沉淀，加淀粉后沉淀是细碎的，不附着在电极上。	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂	不采纳	因沉淀并不影响回收率，因此证明对银含量的测定无影响
9		4 号合成样品，滴定结果为 80.3%左右，反推 3 号结果，就应该是 50%，但是实际滴定结果始终是 52%，不知是否样品均匀性问题？	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂	采纳	已经对 3 号样品复测
10		文本中样品粒径未做描述，这种合金，很难磨碎，0.4 克，很难保证均匀性。	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂	不采纳	已在文本中第 7 部分给出制样要求，且根据实际试验结果表明本取样量已经满足要求
11		在试验报告的“二、实验部分—6、加标回收试验”中，回收率的计算方式存在问题，公式应为 $\frac{[m \text{ 测得银量}-m \text{ 样品中含银量}]}{m \text{ 加入银量}} \times 100\%$ ，建议进行修改。	北矿检测技术有限公司	采纳	已经根据建议在报告中增加此公式

1.3.4 预审会

2021 年 9 月 26 日-28 日全国有色金属标准化技术委员会在安徽省芜湖市召开有色金属标准工作会议，会上对《银钨合金化学分析方法》进行预审，会上专家预审稿及验证过程中产生的问题进行了讨论，主要意见如下：

- 1) 3 号样品测试结果差异较大，建议重新考察数据；
- 2) 重新考察酸度对实验的影响；
- 3) 按照实验方法样品溶解时含量高的样品溶解不清，加长冒烟时间；

4) 8.3 不要冷却至室温，改为“趁温热缓慢加水”；

5) 编制说明中 3.5 实验，没有按照称样量 0.2g 进行实验。

起草单位根据会上意见进行了 3 号样品的补充实验，以及文本中相应内容的修改。

1.3.4 审定会

二、标准编制原则

2.1 符合性：本文件严格按照 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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》、GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》的要求进行编制。

2.2 适用性和先进性：依据 GB/T 8320-2017《铜钨及银钨电触头》产品标准的要求，并结合银钨合金生产和使用的实际需求，确定测定方法和测定范围，提高了本标准的适用性。通过充分调研，采用操作简便、灵敏度高、精密度和准确好、在行业内普及的分析方法（电位滴定法），能很好地满足行业对银钨合金中银含量的分析测试需求，提高了本标准的可操作性和先进性。

三、确定标准主要内容的依据

本文件是首次制定，并且是在充分调研了银钨合金生产和应用的实际情况以及相关标准、文献的基础上完成的。

3.1 测定范围的确定

本标准适用于银钨合金中银含量的测定。本标准的测定范围以国内现行的产品标准 GB/T 8320-2017《铜钨及银钨电触头》中规定的银元素的含量范围（20%~70%）为依据。为了能够充分覆盖产品标准中规定的含量范围，同时考虑到以后新配方银钨合金的研发和生产以及不合格产品的出现，故本标准的测定范围确定为 20.00%~80.00%。

3.2 测定方法的确定

高含量银元素的测定方法主要有碘量法、硫氰酸盐滴定法、EDTA 滴定法和氯化钠电位滴定法等。电位滴定法是一种电化学方法，具有准确度高、检测速度快、操作简便等优点，几乎能够分析所有传统可视滴定法分析的样品，且可以避免因溶液有颜色或浑浊而带来的

终点指示困难。近些年，电位滴定法已经越来越多地应用到金属及合金中常量银元素的测定，并且已经成为标准分析方法，如 GB/T 15072.2-2008《贵金属合金化学分析方法 银合金中银量的测定 氯化钠电位滴定法》、YS/T 938.3-2013《齿科烤瓷修复用金基和钯基合金化学分析方法 第 3 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法和电位滴定法》等。然而，目前将电位滴定法应用于银钨合金中银含量测定的文献和标准还鲜有报道。故本标准采用电位滴定法作为银钨合金中银含量的分析方法。

3.3 硫酸用量选择

称取 0.10g 纯银，0.10g 纯钨于 300mL 烧杯中，加入 3g 硫酸铵，分别加入不同量的硫酸，按选定的实验方法进行测试，所得结果如下表：

表 3 硫酸溶液用量试验

序号	硫酸溶液用量/mL	加入银量/mg	测得银量/mg	回收率/%
1	2	99.0	99.4	100.4
2	4	101.2	101.2	100.0
3	6	100.4	100.8	100.4
4	8	100.8	101.0	100.2
5	10	101.8	101.6	99.8
6	12	100.4	100.2	99.8
7	15	100.6	无终点	——
8	20	100.2	无终点	——

从实验过程和结果可以看出，当硫酸溶液用量在 2 mL~15 mL 时，硫酸-硫酸铵消解后为澄清溶液，再加水时都会有白色或者浅黄色沉淀析出，此沉淀不影响银的测定，但当硫酸用量在 15 mL 及以上时，滴定无法达到终点，所以酸度过高，会影响滴定终点的判断。

当硫酸溶液用量在 2 mL~12 mL 时，测得银回收率在 99.8%~100.4%之间，检测结果良好。综合考虑，本实验加入硫酸用量为 8 mL。

3.4 硫酸铵用量选择

称取 0.10 g 纯银，0.10 g 纯钨于 300 mL 烧杯中，加入 8 mL 硫酸，分别加入不同量的硫酸铵，按选定的实验方法进行测试，所得结果如下表：

表 4 硫酸铵用量试验

序号	硫酸用量/g	加入银量/mg	测得银量/mg	回收率/%
1	0	101.8	100.4	98.6
2	1	101.0	100.2	99.2

3	2	100.4	99.8	99.4
4	3	100.8	101.0	100.2
5	4	100.6	100.4	99.8
6	5	101.0	100.6	99.6
7	8	101.6	101.4	99.8
8	10	100.2	99.8	99.6

从实验过程和结果可以看出，当硫酸铵用量在 0 g~3g 时，银的回收率随着硫酸铵加入量增大而提高，而硫酸铵加入量越多，加水时析出的白色或者浅黄色沉淀越少，钨水解生成的沉淀对银有少量的包裹，加入硫酸铵可适当减少钨的影响。但在实际样品消解时，不加硫酸铵，样品基本不溶解，随着硫酸铵用量的增加，样品消解速率增快，硫酸铵加入量在 3g~10g 时，样品消解速率变化不大，银回收率在 99.6%~100.2%，回收率较好。综合考虑，当称样量为 0.4g 时，加入 5g 硫酸铵，称样量为 0.20g 时，硫酸铵加入量为 3g。

3.5 钨含量的影响

按下表称取纯银和纯钨于 300mL 烧杯中，加入 8mL 硫酸，加入 3g 硫酸铵，按选定的实验方法进行测试，所得结果如下表：

表 5 W 量试验

序号	加入钨量 /mg	加入银量 /mg	计算得银含量 /%	测得银量 /mg	回收率 /%
1	320	81.8	20.39	80.7	98.7
2	240	61.6	20.42	62.2	100.9
3	160	40.2	20.08	40.6	101
4	280	121.1	30.19	120.0	99.1
5	140	60.9	30.31	60.5	99.3
6	100	101.1	50.27	100.2	99.1
7	50	49.4	49.70	49.0	99.2
8	40	162.9	80.29	162.1	99.5
9	20	80.4	80.01	89.6	99.1

从实验过程和结果可以看出，银含量在 20%~30% 时，称样量分别为 0.20 g 和 0.40 g，及银含量在 >30%~80% 时，称样量分别为 0.10 g 和 0.20 g 时，W 量对银的测定影响不大。

3.6 共存元素干扰试验

根据产品标准 GB/T 8320-2017《铜钨及银钨电触头》规定，样品中的共存元素主要有微量的 Al, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mg, Ni, Sn 等元素，其中 Cu ($\leq 0.10\%$)，其他单一

杂质元素 ($\leq 0.08\%$)，杂质元素总和 ($\leq 0.5\%$)，添加元素 Ni ($\leq 2\%$)，Co ($\leq 2\%$)。

3.6.1 单元素干扰试验

3.6.1.1 镍的干扰试验

在不同量的银标准溶液中加入不同量的镍，按照选定的试验方法进行测定，考察镍的干扰情况，测定结果见表 6 所示。

表 6 镍的干扰试验结果

序号	待测试液中银量/mg	待测试液中镍量/mg	测得银量/mg	回收率/%
1	20	0.5	19.94	99.7
2	20	2	19.98	99.9
3	80	0.5	80.24	100.3
4	80	2	79.84	99.8

从表 6 实验结果可以看出，样品中的镍对银含量的测定没有干扰。

3.6.1.2 钴的干扰试验

在不同量的银标准溶液中加入不同量的钴，按照选定的试验方法进行测定，考察钴的干扰情况，测定结果见表 7 所示。

表 7 钴的干扰试验结果

序号	待测试液中银量/mg	待测试液中钴量/mg	测得银量/mg	回收率/%
1	20	0.5	20.04	100.2
2	20	2	19.99	99.95
3	80	0.5	80.08	100.1
4	80	2	80.40	100.5

从表 7 实验结果可以看出，样品中的钴对银含量的测定没有干扰。

3.6.1.3 铜的干扰试验

在不同量的银标准溶液中加入不同量的铜，按照选定的试验方法进行测定，考察铜的干扰情况，测定结果见表 8 所示。

表 8 铜的干扰试验结果

序号	待测试液中银量/mg	待测试液中铜量/mg	测得银量/mg	回收率/%
1	20	0.1	19.96	99.8
2	20	1	19.94	99.7
3	80	0.1	80.24	100.3

4	80	1	80.08	100.1
---	----	---	-------	-------

从表 8 实验结果可以看出，样品中的铜对银含量的测定没有干扰。

3.6.1.4 其它元素干扰试验

在不同量的银标准溶液中分别加入 Al, Cr, Fe, Mn, Mg, Sn, 按照选定的试验方法进行测定，考察这些元素的干扰情况，测定结果见表 9 所示。

表 9 其它共存元素干扰试验结果

序号	待测试液中银量/mg	加入共存元素总量/mg	测得银量/mg	回收率/%
1	20	Al0.2, Cr0.2, Fe0.2, Mn0.2, Mg0.2	19.96	99.8
2	20	Al 1, Cr 1, Fe 1, Mn 1, Mg 1	20.05	102.5
3	80	Al0.2, Cr0.2, Fe0.2, Mn0.2, Mg0.2	80.08	100.1
4	80	Al 1, Cr 1, Fe 1, Mn 1, Mg 1	80.21	100.3

从表 9 实验结果可以看出，样品中微量的 Al, Cr, Fe, Mn, Mg, Sn 对银含量的测定没有干扰。

3.6.2 综合干扰试验

在不同量的银标准溶液中分别加入不同量的 Al, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mg, Ni 和 Sn, 按照选定的试验方法进行测定，考察共存元素的综合干扰情况，测定结果见表 10 所示。

表 10 共存元素综合干扰试验结果

序号	待测试液中银量 /mg	加入共存元素量 /mg	测得银量 /mg	回收率 /%
1	20	Ni2, Co2, Cu0.10, Al0.08, Cr0.08, Fe0.08, Mn0.08, Mg0.08, Ni0.08, Sn0.08	20.02	100.1
2	80	Ni2, Co2, Cu0.10, Al0.08, Cr0.08, Fe0.08, Mn0.08, Mg0.08, Ni0.08, Sn0.08	80.31	100.4

从表 10 实验结果可以看出，样品中各共存元素对银含量的测定没有干扰。

3.7 加标回收试验

向 1#和 2#试验样品中加入不同量的银标准溶液，按照选定的试验方法进行测定，考察该方法的准确度，测定结果见表 11。

表 11 加标回收试验结果

样品编号	样品中含银量 /mg	加入银量 /mg	测得银量 /mg	回收率/%
Ag1#	81.0	39.3	122.4	102.5
	78.4	83.2	161.2	99.5
	79.5	120.7	199.9	99.6
Ag2#	78.3	42.5	120.7	99.9
	76.6	83.8	160.1	99.7
	76.6	118.6	195.0	100.1

从表 11 结果中可以看出，本方法的加标回收率在 99.3%~100.4%之间，准确度较高，能够满足分析要求。

3.8 精密度试验

3.8.1 起草单位的精密度试验

按照选定的试验方法对 4 种银钨合金样品中的银含量进行 11 次独立测定，测定结果见表 12。

表 12 精密度试验结果

样品编号	测定结果 /%	平均值 /%	标准偏差 /%	RSD /%
Ag1#	18.93, 19.01, 19.15, 18.92, 18.95 19.06, 18.82, 18.87, 18.85, 18.95, 18.85	18.94	0.10	0.53
Ag 2#	38.03, 37.94, 37.96, 38.01, 37.98 37.87, 37.89, 37.94, 37.90, 37.89, 37.97	37.94	0.052	0.14
Ag 3#	51.54, 51.43, 51.51, 51.57, 51.63 51.46, 51.59, 51.46, 51.54, 51.38, 51.44	51.51	0.077	0.15
合成样品	80.12, 80.02, 80.04, 80.28, 80.06 79.88, 80.05, 80.24, 80.26, 80.12, 80.06	80.10	0.12	0.15

从表 12 结果可知，4 种银钨合金料样品精密度试验结果的 RSD 在 0.12%~0.53%之间，说明该方法精密度良好，能够满足分析要求。

采用格拉布斯（Grubbs）检验法对上述样品的精密度试验结果数据进行异常值检验，结果见表 13 所示。

表 13 精密度试验数据异常值结果

样品编号	可疑值/%	s/%	Gmax	检验结果
Ag1#	19.15	0.10	2.086	无异常值
Ag2#	38.03	0.052	1.654	无异常值
Ag3#	51.51	0.077	1.632	无异常值

Ag4#	80.10	0.120	1.866	无异常值
------	-------	-------	-------	------

经查表，G(0.05,11)的临界值为2.355。因此，上述4种银钨合金试验样品11次独立测定的结果均无异常值，表明该方法精密度良好。

3.8.2 验证单位精密度数据统计

为了考察本方法的重复性和再现性，在国内选择10家实验室，按照起草单位制定的实验方案进行了协同试验，其中一验单位并对条件实验进行验证，对4种杂质含量低中高水银钨样品分别独立测定，测定结果见表14-23所示。

表 14 中铝材料应用研究院有限公司验证数据

样品 编号	Ag 质量分数 w/%									平均值 w/%	SD /%	RSD /%
	1	2	3	4	5	6	7	8	9			
1#	18.95	18.98	18.89	19.10	18.79	18.85	18.91	18.99	19.04	18.94	0.10	0.51
2#	36.57	36.76	36.44	36.71	36.73	36.68	36.67	36.78	36.54	36.65	0.11	0.31
3#	51.97	51.65	51.74	51.64	51.68	51.79	51.55	/	/	51.72	0.14	0.26
4#	81.09	81.04	80.95	80.88	81.01	80.94	80.92	81.15	80.96	80.99	0.09	0.11

表 15 江西省汉氏贵金属有限公司验证数据

样品 编号	Ag 质量分数 w/%												平均值 w/%	SD /%	RSD /%
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12			
1#	19.12	18.89	19.04	19.02	18.87	18.91	18.89	18.96	18.92	18.99	18.93	19.01	18.96	0.07	0.40
2#	37.82	37.91	37.99	37.94	38.01	37.89	38.10	38.21	37.88	37.94	37.79	38.12	37.97	0.13	0.33
3#	51.59	51.52	51.58	51.51	51.34	51.27	51.68	51.37	51.47	51.49	51.41	51.48	0.12	0.23	51.59
4#	80.13	80.11	80.11	80.22	80.18	80.11	80.19	80.07	80.21	80.28	80.21	80.23	80.17	0.06	0.08

表 16 广东省工业分析检测中心验证数据

样品 编号	Ag 质量分数 w/%									平均值 w/%	SD /%	RSD /%
	1	2	3	4	5	6	7	8	9			
1#	19.00	19.34	19.08	19.07	19.10	19.05	19.01	19.15	19.08	19.10	0.10	0.53
2#	37.68	37.65	37.63	38.03	37.77	37.39	37.49	37.85	37.80	37.70	0.19	0.51
3#	51.50	51.58	51.55	51.48	51.39	51.29	51.39	51.53	51.39	51.46	0.10	0.19
4#	80.52	80.33	80.58	80.61	80.58	80.61	80.44	80.67	80.69	80.56	0.11	0.14

表 17 贵研铂业股份有限公司验证数据

样品 编号	Ag 质量分数 w/%									平均值 w/%	SD /%	RSD /%
	1	2	3	4	5	6	7	8	9			
1#	18.91	18.86	18.78	18.88	18.91	18.73	18.94	18.80	18.69	18.83	0.09	0.46
2#	37.67	37.68	37.69	37.66	37.51	37.72	37.73	37.69	37.79	37.68	0.08	0.20
3#	51.05	51.40	51.49	51.24	51.33	51.22	51.37	51.29	51.44	51.31	0.13	0.26
4#	80.47	80.48	80.63	80.51	80.49	80.49	80.57	80.44	80.58	80.52	0.06	0.08

表 18 福建紫金矿冶测试技术有限公司验证数据

样品 编号	Ag 质量分数 w/%											平均值 w/%	SD /%	RSD /%
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11			
1#	18.41	18.78	18.88	18.99	18.64	18.51	18.31	18.54	18.28	/	/	18.59	0.25	1.3
2#	37.48	37.44	37.71	37.44	37.60	37.61	37.85	37.76	37.17	37.61	36.80	37.50	0.30	0.79
3#	53.85	53.70	53.65	54.03	53.63	54.25	53.92	54.21	53.66	54.25	53.29	53.86	0.31	0.57
4#	81.77	81.83	81.56	81.13	81.20	80.58	81.54	81.84	82.12	81.55	81.27	81.49	0.43	0.52

表 19 有研亿金新材料有限公司验证数据

样品 编号	Ag 质量分数 w/%									平均值 w/%	SD /%	RSD /%
	1	2	3	4	5	6	7	8	9			
1#	18.48	18.51	18.62	18.79	18.55	18.50	18.71	18.66	18.86	18.63	0.14	0.73
2#	36.24	36.37	36.16	36.34	36.29	36.30	36.35	36.31	36.01	36.26	0.11	0.32
3#	51.35	51.50	51.41	51.86	51.50	51.72	51.54	51.49	51.28	51.52	0.18	0.35
4#	80.85	80.97	80.96	80.81	81.06	80.90	81.01	80.85	80.74	80.91	0.10	0.13

表 20 西安汉唐分析检测有限公司验证数据

样品 编号	Ag 质量分数 w/%											平均值 w/%	SD /%	RSD /%
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11			
1#	19.03	19.22	19.18	18.98	18.97	18.94	18.91	18.90	19.09	19.16	19.10	19.04	0.12	0.61
2#	38.13	37.96	37.93	37.90	37.97	37.92	37.98	37.92	37.92	37.97	37.93	37.96	0.06	0.17
3#	51.43	51.38	51.38	51.42	51.31	51.44	51.49	51.36	51.44	51.38	51.41	51.40	0.048	0.094
4#	80.21	80.19	80.13	80.17	80.15	80.05	80.28	80.22	80.15	80.19	80.18	80.17	0.06	0.07

表 21 国合通用（青岛）测试评价有限公司验证数据

样品 编号	Ag 质量分数 w/%											平均值 w/%	SD /%	RSD /%
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11			
1#	18.95	19.12	19.02	18.92	19.14	19.04	18.88	18.97	18.97	18.89	19.01	18.99	0.09	0.46
2#	37.45	37.30	37.29	37.31	37.32	37.37	37.33	37.36	37.33	37.32	37.32	37.33	0.04	0.12
3#	52.06	51.82	52.03	51.93	51.91	51.89	51.87	51.85	51.84	51.82	51.80	51.89	0.09	0.17
4#	80.14	80.13	80.14	80.06	80.12	80.12	80.09	80.09	80.08	80.07	80.07	80.10	0.03	0.04

表 22 北矿检测技术有限公司验证数据

样品 编号	Ag 质量分数 w/%							平均值 w/%	SD /%	RSD /%
	1	2	3	4	5	6	7			
1#	18.55	18.62	18.32	18.47	18.50	18.51	18.64	18.52	0.11	0.58
2#	36.81	36.62	36.70	36.72	36.76	36.94	37.03	36.80	0.14	0.39
3#	51.20	51.49	51.17	51.40	51.27	51.26	51.21	51.29	0.12	0.23
4#	80.72	80.82	80.97	80.76	81.06	81.11	81.09	80.93	0.16	0.20

表 23 深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂验证数据

样品 编号	Ag 质量分数 w/%					平均值 w/%	SD /%	RSD /%
	1	2	3	4	5			
1#	19.03	18.93	19.10	19.06	18.90	19.00	0.09	0.45
2#	36.93	37.18	36.67	37.01	36.85	36.93	0.19	0.51
3#	52.39	52.42	52.23	52.25	52.50	52.36	0.12	0.22
4#	80.07	80.67	80.29	80.00	80.70	80.35	0.33	0.41

3.9 重复性和再现性

3.9.1 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 24 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 24 重复性限

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

3.9.2 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 25 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 25 再现性限

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

四、标准中涉及的专利情况

本文件不涉及专利问题。

五、标准预期达到的社会效益等情况

5.1 标准编写的目的和意义

银钨合金具有金属钨熔点高（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。银元素是银钨合金中的一种主要元素，其含量多少直接影响材料的导电和导热性能，同时银也是一种贵金属元素，具有很高的回收再利用价值。因此，准确测定银钨合金中银元素的含量对于研究银钨合金的理化性能、把控产品质量、银钨合金废料回收利用等具有十分重要的意义。

在银钨合金产品及分析方法标准方面，目前国家已经颁布实施了相应的产品标准 GB/T 8320-2017《铜钨及银钨电触头》。该标准规定了银钨电触头合金材料中银元素含量（质量分数）范围为 20%~70%。在国外目前只有 ASTM B476-01（2012）《锻制贵金属电接触材料标准规范》等指南性文件。因此，目前在国内外，特别是在国内有色金属行业，还缺少

一整套针对银钨合金中主量、微量化学元素的测试标准。为了使产品标准更具有可操作性，满足行业对银钨合金研发、生产和检测的需求，十分有必要制订包括银元素在内的分析方法标准，以在行业内形成统一的测试评价方法，增加检测结果的可靠性和可比性。在充分调研的基础上，本标准拟采用硫酸-硫酸铵溶解试样，在酸性介质中，氯化钠标准溶液滴定至电位突跃即为终点，根据滴定消耗的氯化钠标准滴定溶液体积计算试样中银的含量。电位滴定法具有操作简便、分析结果准确度高、重现性好等优点，适合在行业内推广应用。

5.2 标准预期的作用和效益

本文件充分考虑了目前国内银钨合金生产、研发、应用和检测的实际技术水平。本文件颁布执行后，将在国内形成对银钨合金化学成分的统一的分析测试标准，对于增加各机构检测数据之间的可靠性和可比性，助力我国银钨合金产业的发展发挥着十分重要的作用。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

本文件为我国首次制定。经查询，本文件与国内外现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本文件与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。标准涉及内容全面、条款详细、在编制过程中吸纳了国内相关先进技术，能够与现行产品标准 GB/T 8320-2017《铜钨及银钨电触头》配套使用，整体达到国内先进水平。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

九、标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议本标准为推荐性行业标准，供相关组织参考采用。

十、贯彻标准的要求和措施建议

建议向银钨合金研发、生产、销售、检测的相关企业和单位积极贯彻本标准的内容。

十一、废止现行有关标准的建议

无。

十二、其他应予说明的事项

无

《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》编制组

2021 年 11 月 14 日