

《银镍石墨化学分析方法 第 3 部分 总碳含量的测定 气体容量法》行业标准编制说明

征求意见稿 2022-3-20

一 工作简况（包括任务来源、立项目的、拟要解决关键问题、协作单位、主要工作过程）

1 任务来源

根据全国有色金属标准化技术委员会在 2021 年 10 月 25 日~10 月 28 日于江苏省常州市召开的年会上任务落实，安排由贵州省分析测试研究院、国合通用测试评价认证股份公司共同起草《银镍石墨化学分析方法 第 3 部分：总碳含量的测定 气体容量法》（工信厅科函[2020]181 号 2020-0717T-YS）。

2 立项目的

银镍石墨（AgNiC）是制备中等负荷开关电器的理想电触点材料，在材料制备过程中严格控制石墨等碳元素的添加量。目前在国内外，特别是在有色金属行业，急需建立一套针对银镍石墨中包含碳元素在内的化学成分的分析测试标准，对于研究材料的理化性能、改进制备工艺、把控产品质量具有十分重要的支撑作用。

3 拟要解决关键问题

银镍石墨（AgNiC）是一种银基添加镍和石墨的三元金属复合材料，它兼具了银镍和石墨材料的特性，具有良好的自身润滑性、导电性、导热性、抗熔焊性、抗电弧烧损性和稳定的低接触电阻，是制备中等负荷开关电器的理想电触点材料。通过向银基和银镍基中添加石墨，可以有效改善材料的导电、导热性能，使材料具有自润滑作用。

关于银镍石墨，我国已经颁布实施了相应的产品标准 GB/T 27751-2011《银镍石墨电触头技术条件》，该标准规定了银镍（25）石墨（2）、银镍（30）石墨（3）两个牌号的银镍石墨电触头材料的化学成分，其中，规定银镍（25）石墨（2）中 C 质量分数为 $2.0\% \pm 0.5\%$ ，银镍（30）石墨（3）中 C 质量分数为 $2.5\% \pm 0.5\%$ 。

随着生产和科学的进一步发展，需要更加准确、快速地测定银镍石墨中碳的含量，对于

研究材料的理化性能、改进制备工艺、把控产品质量具有十分重要的支撑作用。在现行的检测标准中，国外目前有 ASTM B476-01（2012）《锻制贵金属电接触材料标准规范》等指南性文件，无 ISO 相关标准参考。国内在机械行业由全国电工合金标准化技术委员会归口的、由温州宏丰电工合金股份有限公司、福达合金材料股份有限公司等单位起草的 JB/T 4107《电触头材料化学分析方法》系列标准中第 3 部分，即 JB/T 4107.3-2014《电触头材料化学分析方法 第 3 部分:银石墨中碳含量的测定》采用气体容量法测定银石墨电触头材料中质量分数为 3.00%~6.00%的碳含量，该标准不完全适用于银-镍-石墨体系中总碳量的测定。气体容量法是目前测定金属、合金、矿石等样品中高含量碳的常用的分析手段，并且已经作为标准分析方法，如 GB/T 6730.50-2016《铁矿石 碳含量的测定 气体容量法》、GB/T 223.69-2008《钢铁及合金 碳含量的测定 管式炉内燃烧后气体容量法》、GB/T 5686.5-2008《锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰碳含量的测定 红外线吸收法、气体容量法、重量法和库仑法》。本标准将参照 JB/T 4107.3-2014、GB/T 6730.50-2016、GB/T 223.69-2008、GB/T 5686.5-2008 等标准中的相关技术条件和方法起草《银镍石墨化学分析方法第 3 部分 总碳含量的测定 气体容量法》，测定银镍石墨中质量分数 1.00%~6.00%的总碳含量，以满足生产、贸易、用户使用的需要。

4 项目编制工作组单位简介

4.1 编制组成员单位

《银镍石墨化学分析方法第 3 部分 总碳含量的测定 气体容量法》，由贵州省分析测试研究院、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、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、贵研铂业股份有限公司、北矿检测技术有限公司、中金岭南韶关冶炼厂、广东工业分析中心等单位共同编制完成。

4.2 本部分主编单位简介

4.2.1 贵州省分析测试研究院

贵州省分析测试研究院（以下简称“测试院”），是依法设立的为社会提供公正科学数据的第三方检测机构，是政府财政全额拨款的公益型科研事业单位。创建于 1935 年 9 月，是由一批留学德、日等国从海外归国的爱国知识分子在贵州省自然科学领域最早建立的工科研机构，八十年悠久的历史为测试院积淀了分析学丰富的实践经验和坚实的基础。

测试院在 1990 年就通过了省级计量认证（CMA），并于 2009 年通过了《国家实验室认可》（CNAS 认可），建立了一套完整的符合国际和国家标准的 ISO/IEC17025:2005 的质

量管理体系,成为贵州省乃至西南地区最具综合分析研究优势的检测科学研究与服务机构之一,下设贵州省冶金有色金属产品质量监督检验站,1985年通过资质认定,在冶金有色金属产品检验和方法研究上积累了丰富的经验。测试院现有专业技术人员200多人,具有高级职称20余人、中级职称80余人和一批具有博士、硕士组成的年轻研究团体。

测试院拥有HPLC、HPLC-MS、GC、GC-MS、ICP-AES、ICP-MS、GPC、TOC、DOC、FTIR等各类仪器设备共计400余台(件),价值近8000万元,实验室面积达20000余平方米。现有分析测试新方法和新技术研究成果80多项,在国内外重要期刊发表相关研究论文300余篇,参与起草和修订国家标准十余项,获得发明专利数十项,出版专著500多篇(部),为本标准的制定提供有力的设备和技术保障。

4.2.2 国合通用测试评价认证股份公司

国合通用测试评价认证股份公司(以下简称“国合通测”),成立于2017年8月,是由有研科技集团有限公司(原北京有色金属研究总院)和嘉兴浙华武岳峰投资合伙企业发起设立的股份有限公司,位于北京市。国合通测主要从事检验检测、技术开发与服务、检测仪器设备开发、技术培训和产品认证等业务,是国家新材料测试评价平台-主中心承建单位,为中国新材料测试评价联盟秘书处挂靠单位,现有全资子公司两家,分别是国标(北京)检验认证有限公司和国合通用(青岛)测试评价有限公司。未来三年,国合通测将在主要产业集聚区,结合当地产业规划,进行全国网络布局

5 主要工作过程

5.1 调研

调研工作是从银镍石墨的生产企业和用户两个方面进行的,标准编制小组征集关于银镍石墨中碳的测定要求和测定范围,通过调研得知,我国已经颁布实施的产品标准GB/T 27751-2011《银镍石墨电触头技术条件》碳含量的范围1.5%~3.0%,机械行业标准JB/T 4107.3-2014《电触头材料化学分析方法 第3部分:银石墨中碳含量的测定》碳含量的测定范围3.00%~6.00%,对于低碳含量的银镍石墨试样,JB/T 4107.3-2014不适用。然而,气体容量法是测定金属、合金、矿石等样品中高含量碳的常用分析手段,已经作为标准分析方法,如GB/T 6730.50-2016《铁矿石 碳含量的测定 气体容量法》、GB/T 223.69-2008《钢铁及合金 碳含量的测定 管式炉内燃烧后气体容量法》、GB/T 5686.5-2008《锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰碳含量的测定 红外线吸收法、气体容量法、重量法和库仑法》,在测定 $\geq 1.00\%$ 的碳含量技术成熟,为了满足生产、贸易、用户使用的需要,需要对起草银镍石墨

中总碳含量的测定标准方法。

5.2 编制《征求意见稿》

本标准编制组在接到任务后，充分调查国内外目前银镍石墨的生产和使用现状，分析比较了矿石、合金材料等领域具有较高碳含量样品现有测定方法的原理、误差、局限性及相应仪器的可靠性与可操作性的基础上，于 2022 年 1 月编制了本标准的《初稿》。

《初稿》提出后，标准编制小组又充分考察了称样量、装置气密性、燃烧炉温度、氧气流量、除硫剂、吸收液浓度、吸收前后温度变化、温度气压校正系数、管道残留气体等各因素，对初稿部分条件进行修正，并请相关技术专家审阅和提出意见，于 2022 年 3 月提出了本标准的《征求意见稿》。

二、标准编制原则

本标准起草单位自接受起草任务后，成立了负责收集生产企业信息、检测机构检验数据、市场贸易需求等信息的工作组，初步确定了《银镍石墨化学分析方法第 3 部分 总碳含量的测定 气体容量法》行业标准起草所遵循的基本原则和编制依据：

(1) 以满足我国银镍石墨行业的实际生产和使用的需要为原则，不断提高标准的适用性和可操作性；

(2) 以与实际相结合为原则，提高标准的可操作性；

(3) 依据国家相关的法律、安全、卫生、环保法规的要求；

(4) 查询相关技术标准和检测方法，收集国内外市场的相关技术需求，积极向相关国际技术标准要求靠拢，做到标准的先进性；

(5) 完全按照 GB/T 1.1《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写规则》、GB/T 1.2《标准化工作导则 第 2 部分：标准中规范性技术要素内容的确定方法》、GB/T 20001.4《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》和《有色金属冶炼产品、加工产品、化学分析方法国家标准、行业标准编写示例》的要求对本部分进行格式和结构的编写。

三、编制内容说明

1. 适用范围

本标准规定了银镍石墨中总碳含量的测定方法。

本标准适用于银镍石墨中总碳含量的测定，测定范围为：1.00%~6.00%。

2. 试验原理

试样在高温(1200℃~1350℃)管式炉内通氧燃烧,碳被完全氧化生成二氧化碳。除去二氧化硫后将混合气体收集于量气管中,测量其体积。然后以氢氧化钾溶液吸收二氧化碳,再测量剩余气体的体积。吸收前后气体体积之差即为二氧化碳之体积,以其计算碳含量。

3.标准主要内容的确定依据

3.1 样品称样量的确定

3.1.1 分别称取 AgNi25C2 样品 0.10g、0.15g、0.20g、0.25g、0.30g、0.40g 于瓷舟中,按样品分析步骤分析,测定碳含量,结果如表 1:

表 1 (AgNi25C2) 不同称样量测定结果

称样量级	称样量 (g)	C (%)
0.10	0.1002	3.85
	0.1008	3.92
	0.1005	3.88
0.15	0.1501	3.926
	0.1502	3.930
	0.1500	3.918
0.20	0.2002	3.925
	0.2000	3.920
	0.2001	3.935
0.30	0.3002	3.892
	0.3001	3.905
	0.3002	3.918

3.1.2 分别称取 AgNi30C3 样品 0.10g、0.20g、0.30g、0.40g 于瓷舟中,按样品分析步骤分析,测定碳含量,结果如表 2:

表 2 (AgNi30C3) 不同称样量测定结果

称样量级	称样量 (g)	C (%)
0.10	0.1002	3.05
	0.1008	2.92
	0.1005	2.88
0.20	0.1501	3.15
	0.1502	3.08
	0.1500	3.13
0.30	0.2002	3.201
	0.2000	3.185
	0.2001	3.228
0.40	0.3002	3.205
	0.3001	3.190
	0.3002	3.198

试验结果表明: 样品称样量按表 3 规定要求是科学和合适的。

表 3 试料量

碳含量	% 试料量 g
1.00 ~ 2.00	0.5
2.00 ~ 3.50	0.3
3.50 ~ 6.00	0.15

3.2 燃烧炉温度的选择

称取 0.3g (AgNi30C3) 样品于瓷舟中, 分别在 900℃、1000℃、1100℃、1150℃、1200℃、1250℃、1300℃, 按样品分析步骤分析, 测定碳含量, 结果如表 4:

表 4 (AgNi30C3) 不同燃烧温度测定结果

燃烧温度 (°C)	称样量 (g)	C (%)
1100	0.3001	2.858
	0.3003	2.901
	0.3002	2.883
1150	0.3002	3.180
	0.3001	3.102
	0.3002	3.095
1200	0.3004	3.201
	0.3001	3.185
	0.3005	3.228
1250	0.3002	3.215
	0.3000	3.208
	0.3000	3.222
1300	0.3002	3.210
	0.3003	3.205
	0.3001	3.198

试验结果表明: 燃烧温度控制在 1200~1300℃, 测定结果基本稳定, 测量精密度均能满足要求, 但温度太高, 瓷管使用寿命大幅缩短, 增加检测成本, 一般选用 1250℃为宜。

3.3 助溶剂的选择

分别在样品中不加入或加入不同助熔剂, 按样品分析步骤分析, 测定碳含量, 结果如表 5:

表 5 (AgNi30C3) 加入不同助熔剂时测定结果

助熔剂	称样量 (g)	C (%)
不加助熔剂	0.3001	2.525
	0.3003	2.483
	0.3002	2.625
加入 0.5 克纯铁	0.3002	2.858
	0.3001	2.989
	0.3002	3.095
锡粒	0.3004	2.981
	0.3001	3.115
	0.3005	3.011
加入 0.25 克纯铁 +0.25 克锡粒	0.3002	3.205
	0.3000	3.198
	0.3000	3.232

加入纯铁和锡粒助熔剂, 有利于样品熔融, 样品熔融后表面光洁, 无气泡, 结果稳定。

3.4 氢氧化钾吸收液浓度试验

取 1 个钢标准物质和 1 个生铁标准物质, 称取一定样量 (钢称 0.5g, 铁称 0.2g) 后, 除氢氧化钾吸收液浓度分别改变为 20%、30%、40%、45% 外, 其余操作按 (2.3) 分析步骤

分析进行，测定碳含量，结果如表 6:

表 6 同一 C 含量标准物质，不同浓度氢氧化钾吸液试验结果

氢氧化钾浓度 (%)	钢标准物质 C 含量 (%)	测定结果 C (%)	铁标准物质 C 含量 (%)	测定结果 C (%)
20	0.325	0.318	4.05	3.755
		0.320		3.776
		0.323		3.897
30		0.322		3.988
		0.325		4.063
		0.319		4.058
40		0.325		4.062
		0.320		4.045
		0.328		3.996
45		0.324		4.028
		0.320		4.033
		0.326		4.065

由表 6 可见，20%以上的氢氧化钾吸收液对含碳量较低的钢试样吸收较好，但 20%氢氧化钾吸收液对铁样中 C 的吸收不够完全。30%~45%氢氧化钾吸收液对高碳的吸收可获得满意效果，为了既确保分析质量，又减少不必要浪费，氢氧化钾吸收液浓度选择为 40%。

3.5 精密度试验

按样品分析步骤，分别对 AgNi25C2、AgNi30C3 2 个试样进行 11 次独立测定，测定结果如表 7。

表 7 精密度试验

样品牌号	检测值 (%)	平均值 (%)	标准偏差	相对标准差 (%)
AgNi25C2	4.02;3.97;3.92;3.89;3.90;3.84;3.85;3.91;3.96;3.92;4.01	3.93	0.05870	1.49
AgNi30C3	3.18;3.34;3.15;3.20;3.23;3.28;3.21;3.27;2.95;3.25;3.06	3.19	0.1090	3.42

四、标准的水平分析

通过文献检索和网上查询，国外关于银镍石墨碳含量测定的标准还是一项空白。

国内外相关的银镍石墨碳含量的测定标准检索情况：

ISO 标准：无；

日本标准：无；

美国标准：ASTM B476-01（2012）《锻制贵金属电接触材料标准规范》；

国家标准：无。

行业标准：JB/T 4107.3-2014《电触头材料化学分析方法 第3部分：银石墨中碳含量的测定》。

本标准在参考以上标准的同时，在充分考虑银镍石墨中总碳含量的测定要求的基础上编制完成，具有以下特点：

- 1) 通过大量验证试验，确定了复合产品标准相应牌号碳含量的测定范围要求；
- 2) 试验准确度和精密度复合要求，极大地减少了异议的发生，为试验结果的可靠性、可比性创造了条件。

本标准整体水平达到了行业先进水平。

五、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

(1) 本标准与现行标准属于协调一致标准，总碳含量的检测是满足现有产品标准的发展需求而制定，是属于为现有标准服务配套标准。

(2) 本标准不涉及与任何国家法律、法规、规章及强制国家标准冲突问题，标准的制定符合国家相关法律、法规、规章的要求。本标准所引用的规范性文件全部是我国现行有效的国家标准或行业标准，是本标准的一部分，引用这些标准后，使本标准等要求与现行的相关法律、法规、规章及相关标准的关系不矛盾、不冲突，其相互关系非常协调。

六、标准中如涉及专利，应有明确的知识产权说明

本标准不涉及任何专利或知识产权。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准属于银镍石墨化学分析领域的方法标准，编制组根据起草前确定的编制原则进行了标准起草，标准起草过程中未发生重大分歧意见。

八、标准作为强制性或推荐性的建议

本标准是 YS/T ***《银镍石墨化学分析方法》系列行业标准中的一部分，建议本标准为推荐性行业标准。

九、预期效果

YS/T ***.3-202X《银镍石墨化学分析方法第3部分 总碳含量的测定 气体容量法》是我国银镍石墨总碳含量测定的主要标准，是我国银镍石墨分析检测的标准之一。随着我国银镍石墨工业的发展，新技术、新工艺的应用，新产品的开发，必须有更加科学、准确、快速、

更加适用的分析、检测方法的标准进行技术支撑，以满足各种产品的化学成分分析、检测。

本次起草在参照国内银石墨、矿石、金属材料、合金材料等标准基础上，结合银镍石墨产品的特殊要求，系统的修改、补充和完善，无论是在分析方法准确性还是在方法的适用性、前瞻性、可操作性上都有了很大的提高和扩充，达到国际先进水平要求。能够满足中国银镍石墨工业的实际使用和未来发展的需求，为中国银镍工业的发展提供了基础性的技术支撑。

《银镍石墨总碳含量的测定》行业标准编制小组

2022年3月