

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXX.1—202X

银镍石墨化学分析方法
第1部分：银含量的测定
氯化钠电位滴定法

Methods for chemical analysis of silver nickel graphite—

Part 1: Determination of silver content—

Potentiometer titration with sodium chloride

(送审稿)

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。

本文件是YS/T XXXX《银镍石墨化学分析方法》的第1部分。YS/T XXXX已经发布了以下部分：

——第1部分：银含量的测定 氯化钠电位滴定法；

——第2部分：镍含量的测定 丁二酮肟沉淀分离-EDTA络合返滴定法；

——第3部分：总碳含量的测定 气体容量法和高频燃烧-红外吸收法。

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、北矿检测技术有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、有研亿金新材料有限公司、中船重工黄冈贵金属有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、梦金园珠宝首饰有限公司、紫金铜业有限公司、郴州市产商品质量监督检验所。

本文件主要起草人：赵霞、栗生辰、孙海峰、田佳、陈雄飞。。。

引 言

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，它兼具了银镍和银石墨材料的特性，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。研究表明，银镍石墨的理化性质与其化学成分之间有着密切联系。目前没有针对银镍石墨的检测标准，因此，建立一套针对银镍石墨符合其含量范围的标准，对于研究其材料的理化性能、改进制备工艺、把控产品质量，以及银镍石墨废料回收利用具有十分重要的意义。

本文件拟由三部分组成。

——第1部分：银含量的测定 氯化钠电位滴定法；

——第2部分：镍含量的测定 丁二酮肟沉淀分离-EDTA络合返滴定法；

——第3部分：总碳含量的测定 气体容量法和高频燃烧-红外吸收法。

本文件的制定为行业内形成对银镍石墨中银含量的科学、统一的测试评价提供了重要依据，填补了国内外空白，对于提高检测结果的可靠性和可比性、把控银镍石墨的产品质量、完善其研发和生产工艺具有积极的指导意义。

银镍石墨化学分析方法

第 1 部分：银含量的测定

氯化钠电位滴定法

1 范围

本文件规定了银镍石墨中银含量的测定方法。
本文件适用于银镍石墨中银含量的测定。测定范围：60.00%~90.00%。

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

试料以硝酸溶解，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，计算得到银的质量分数。

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。

- 5.1 水，GB/T 6682，三级水。
- 5.2 纯银（ $w_{\text{Ag}} \geq 99.99\%$ ）。
- 5.3 氯化钠（分析纯）。
- 5.4 硝酸（1+1）。
- 5.5 氯化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaCl})$ 约 0.03mol/L]
- 5.5.1 配制：称取3.51g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标准滴定溶液滴定至电位突跃点，记录氯化钠标准滴定溶液消耗体积V。

按公式（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）。

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

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0.01mg/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、与仪器和测定用途匹配的银复合电极或银电极及适合的参比电极。

7 样品

样品应制成碎屑或粉末。

8 试验步骤

8.1 试料

称取0.15g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 250 mL 烧杯中, 用少量水湿润试料, 加 10 mL 硝酸 (5.4), 盖上表面皿, 加热至样品反应完全, 继续加热至氮氧化物赶走, 取下、稍冷, 用水吹洗表面皿和杯壁, 冷却至室温。

8.4.2 缓慢加水至 150 mL, 将电极插入试液中, 开动搅拌装置, 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, 记录氯化钠标准滴定溶液消耗体积。

9 试验数据处理

银含量以银的质量分数 w_{Ag} 计, 按公式 (2) 计算:

$$w_{Ag} = \frac{T \cdot (V_1 - V_0) \times 10^{-3}}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

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);

V_1 ——滴定试料所消耗的氯化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_0 ——空白试验所消耗的氯化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

m_1 ——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 1 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 1 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 1 重复性限

$w_{Ag} / \%$	61.66	71.10	88.35
$r / \%$	0.30	0.31	0.36

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 2 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 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 再现性限

$w_{Ag} / \%$	61.66	71.10	88.35
$R / \%$	0.36	0.48	0.50

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 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

精密度数据是由 10 实验室对银含量的 3 个不同样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的镍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. 1 精密度试验原始数据

实验室	水平数	测定次数 n						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1#	61.43	61.66	61.44	61.58	61.54	61.67	61.71
	2#	71.38	71.08	71.45	71.13	71.14	71.34	71.16
	3#	88.68	88.56	88.47	88.68	88.35	88.54	88.27
2	1#	/	/	/	/	/	/	/
	2#	71.12	70.87	70.96	71.06	71.01	70.94	71.16
	3#	88.32	88.32	88.22	88.27	88.55	88.35	88.36
3	1#	61.60	61.64	61.68	61.48	61.72	61.58	61.68
	2#	71.10	71.00	71.15	71.21	71.19	71.02	71.08
	3#	88.29	88.32	88.35	88.42	88.30	88.25	88.19
4	1#	61.82	61.78	61.76	61.68	61.67	61.59	61.42
	2#	71.28	71.01	71.43	71.22	71.03	71.35	71.31
	3#	88.51	88.27	88.50	88.39	88.45	88.43	88.35
5	1#	61.57	61.62	61.57	61.45	61.77	61.41	61.78
	2#	70.74	70.87	70.78	70.88	70.88	70.98	70.76
	3#	88.56	88.35	88.62	88.16	88.20	88.32	88.11
6	1#	61.79	61.83	61.90	61.88	61.81	61.91	61.65
	2#	71.25	71.16	71.19	71.21	71.16	71.29	71.25
	3#	88.33	88.43	88.29	88.35	88.39	88.44	88.37
7	1#	/	/	/	/	/	/	/
	2#	71.40	71.39	71.30	71.26	71.26	71.13	71.19
	3#	88.50	88.52	88.50	88.49	88.38	88.59	88.46
8	1#	61.83	61.79	61.54	61.83	61.59	61.70	61.66
	2#	70.89	71.16	70.78	71.08	71.16	70.84	70.91
	3#	88.67*	88.19*	88.30*	88.24*	88.67*	88.11*	88.18*
9	1#	61.75	61.61	61.69	61.58	61.60	61.57	61.70
	2#	71.18	71.04	71.23	71.03	71.24	71.06	71.18
	3#	88.43	88.37	88.30	88.34	88.44	88.38	88.47
10	1#	/	/	/	/	/	/	/
	2#	70.93	71.04	71.02	70.94	70.96	71.17	71.04
	3#	88.09*	87.86*	87.97*	87.90*	87.98*	88.05*	88.27*

注：*表示数据为统计歧离值。
