

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.3—202X

银镍石墨化学分析方法
第3部分 总碳含量的测定
气体容量法和高频燃烧-红外吸收法

Methods for chemical analysis of silver nickel graphite—
Part 3 Determination of Total Carbon Content—
Gasometric method and High frequency combustion-infrared absorption
method
(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3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：贵州省分析测试研究院、国合通用测试评价认证股份公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、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、郴州市产商品质量监督检验所、韶关冶炼厂、北矿检测技术有限公司。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX.....

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碳含量的科学、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

警示：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 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 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。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 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 6379.2-2004 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法一：气体容量法

4.1 原理

试样在高温(1200℃~1250℃)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。

4.2 试剂或材料

4.2.1 氧，纯度不低于99.9%。

4.2.2 硫酸(ρ 1.84g/mL)。

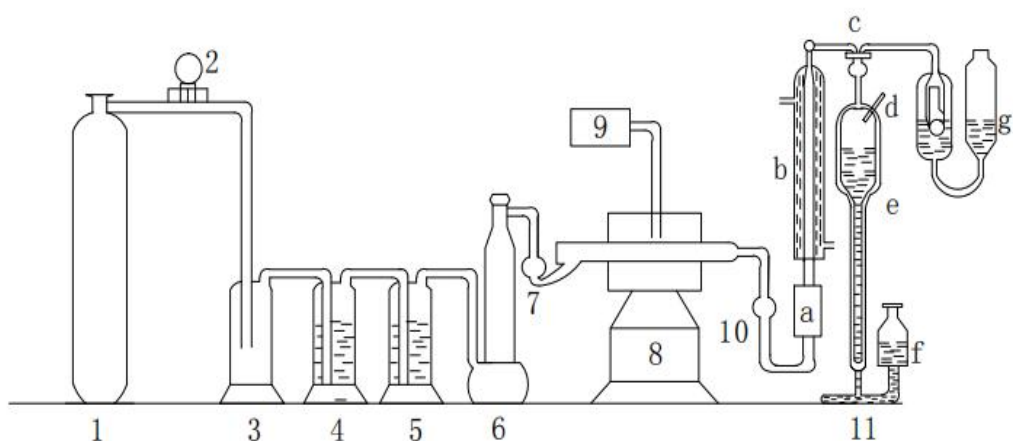
4.2.3 硫酸(1+1)。

4.2.4 无水氯化钙。

- 4.2.5 碱石棉（粒状）或者玻璃棉。
- 4.2.6 氢氧化钾溶液（400g/L）。
- 4.2.7 甲基红溶液（1g/L）。
- 4.2.8 氯化钠酸性封闭溶液：取 800mL 氯化钠溶液（260g/L），滴加数滴甲基红溶液（4.2.7），用硫酸（4.2.3）调节溶液至呈稳定的浅红色。
- 4.2.9 氢氧化钾-高锰酸钾洗液：取 30 克氢氧化钾溶于 70 mL 饱和高锰酸钾溶液中，混匀。
- 4.2.10 钒酸银：称取 11.7g 偏钒酸铵溶于 400 mL 热水中。另取 17g 硝酸银溶于 200mL 水中。将硝酸银溶液徐徐倒入偏钒酸铵溶液中，搅拌，产生黄色沉淀，用玻璃坩埚抽滤，用水洗涤沉淀至溶液无银离子存在。于干燥箱中 110℃ 烘干，研成粒状，筛取 0.42mm~0.84 mm 的细粒备用。
- 4.2.11 混合助溶剂：纯铁+纯铜（1:1），碳含量小于 0.0050%。

4.3 仪器设备

- 4.3.1 缓冲瓶：见图 1。
- 4.3.2 洗气瓶 I：内盛氢氧化钾-高锰酸钾洗液（4.2.9）。
- 4.3.3 洗气瓶 II：内盛浓硫酸（4.2.2）。
- 4.3.4 干燥塔：下部装碱石棉（4.2.5），上部装无水氯化钙（4.2.4）。
- 4.3.5 管式炉：见图 1。
- 4.3.6 氧化铝瓷舟：长 88mm 或 95mm。
- 4.3.7 氧化铝瓷管：长 600mm，内径 20mm~25mm。
- 4.3.8 瓷舟钩：用低碳合金钢丝制作，用以推拉瓷舟用。
- 4.3.9 球型干燥管：内装无水氯化钙（4.2.4）和脱脂棉。
- 4.3.10 除硫管：内装钒酸银（4.2.10）。
- 4.3.11 容量定碳装置：见图 1，量气管中装氯化钠酸性封闭溶液（4.2.8），吸收器中装氢氧化钾溶液（4.2.6）。定碳装置应在距离管式炉 300 mm~500 mm 的地方并避免阳光直接照射，量气管必须保持清洁，有水滴附着在气管内壁时，须用铬酸洗液清洗。
- 4.3.12 空盒气压表。
- 4.3.13 温度计。



- 1-氧气瓶
- 2-气体流量计
- 3-缓冲瓶
- 4-洗气瓶 I
- 5-洗气瓶 II
- 6-干燥塔
- 7-供氧活塞
- 8-管式炉
- 9-温度控制器
- 10-球形干燥器
- 11-容量定碳装置 (a-除硫管、b-冷却管、c-三通活塞、d-温度计、e-量气管、f-水准瓶、g-吸收器)

图 1 仪器与设备图

4.4 试验步骤

4.4.1 试料

称取试样量见表 1，称样量精确至 0.0001g，助溶剂精确至 0.01g。

表 1 称样量

碳含量 /%	称样量 m /g	助溶剂 /g
<2.00	0.5	0.3
2.00~3.00	0.3	0.3
>3.00	0.15	0.3

4.4.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

4.4.3 空白试验

随同试料（4.4.1）做空白试验。

4.4.4 校正试验

将管式炉升温至 1250℃，检查管路是否漏气，装置是否正常，燃烧碳含量与试样相近的标准试样检验仪器及操作。

4.4.5 测定

4.4.5.1 将试料（4.4.1）置于瓷舟（4.3.6）内，用瓷舟钩（4.3.8）推入瓷管（4.3.7）中温度最高处，立即塞紧橡皮塞。预热 60~75s，以下按定碳装置操作规程操作，读取读数(碳含量)。

4.4.5.2 启开橡皮塞，用瓷舟钩（4.3.8）拉出瓷舟，即可进行下一个试样的分析。

4.5 试验数据处理

碳的百分含量（以 ω_x 表示）按式(1)计算：

$$\omega_x = \frac{A \cdot X \cdot Z \cdot f}{m} \cdot 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：A——温度 16℃，气压 101.3 kPa, 封闭液面上每毫升二氧化碳中含碳质量(g)。用酸性水做封闭液时，A 值为 0.0005000 g。用氯化钠酸性溶液做封闭液时，A 值为 0.0005022 g；

X——标尺读数（碳含量），mL；

Z——标尺读数（碳含量）换算成二氧化碳气体体积（mL）的系数（30/1.500）；

f——温度、气压修正系数，采用不同封闭液时其值不同，参见 GB/T 223.69-2008 附录 A

m——试样的质量，g。

计算结果表示到小数点后两位，数值修约按 GB/T 8170 规定执行。

4.6 精密度

4.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次测试结果的测定值。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）按表 2 数据采用线性内插法求得：

表 2 重复性限

$W_C \%$	1.60	3.20	4.00
$r/\%$	0.12	0.18	0.17

4.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性（R），超过再现性

(*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

W_C %	1.60	3.20	4.00
R / %	0.18	0.27	0.22

5 方法二：高频燃烧-红外吸收法

5.1 方法提要

试料在助熔剂和氧气流下，高频感应炉内加热熔融，生成的二氧化碳由氧气载至红外线分析器的测量室，二氧化碳吸收特定波长的红外能量，其吸收能与碳的浓度成正比，根据检测器接受能量的变化测得碳量。计算机系统根据样品重量自动计算样品中碳量，结果以百分含量显示。测定范围：1.00%~6.00%。

5.2 试剂或材料

5.2.1 燃烧气：氧气>99.5%

5.2.2 动力气：压缩空气或氮气，出口压力>0.4MPa。

5.2.3 助熔剂：铁助熔剂（粒度 $\leq 1.25\text{mm}$ ， $w(C) \leq 0.0008\%$ ）

钨助熔剂（粒度 $\leq 1.0\text{mm}$ ， $w(C) \leq 0.0008\%$ ）

锡助熔剂（粒度约 400 μm -800 μm ， $w(C) \leq 0.0008\%$ ）

5.2.4 坩埚：陶瓷坩埚（ $\phi 25\text{mm} \times 25\text{mm}$ ，C 的空白值小于 0.0008%），使用前应在 1200℃ 下灼烧 2 小时，冷却后取出放于干燥器中备用。

5.2.5 标样，与待测样品碳含量相近：

5.2.5.1 C 标准样品：C 含量 0.45%~1.0%。

5.2.5.2 C 标准样品：C 含量 2.5%~3.2%。

5.2.5.3 C 标准样品：C 含量 3.5%~4.5%。

5.3 仪器

高频红外碳硫分析仪，仪器的参数应符合以下规定：

高频炉功率：2.5kW；

频率 18.0MHz；

检测器灵敏度：0.0001%。

5.4 试样

5.4.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。

5.4.2 试样应在 105℃ $\pm$ 5℃烘箱中烘 1 h，并置于干燥器中冷却至室温备用。

5.5 分析步骤

5.5.1 试料

称取 0.10g 银镍石墨样品，准确到 0.0001g。

5.5.2 平行试验

独立进行两次测定，取其平均值。

5.5.3 仪器准备

5.5.3.1 仪器预热 0.5 小时，按仪器使用说明书调试检查仪器，使仪器处于正常稳定状态。

通过燃烧 2~3 个待测试样来调整和检查仪器。

5.5.3.2 设置分析条件：吹扫时间 10S，延迟时间 20S，比较器水平 2，最短时限 30S。

5.5.4 空白校正

称取铁助熔剂 0.5g，钨助溶剂 2.0g，锡助溶剂 0.05g（5.2.3），置于坩埚（5.2.4）中，将坩埚放到炉子的支座上，升到燃烧位置，按仪器说明书中的校正空白步骤进行操作，反复做 3~6 个空白试验，至空白值稳定，取稳定后的三次空白值计算平均值，并对空白进行校准。不能自动校正空白值的仪器，在仪器校正时从标准样品的标准值中手动扣除。

5.5.5 仪器校准

5.5.5.1 称取约 0.10g 的系列标准样品（5.2.5），准确到 0.0001g，置于坩埚（5.2.4）中，加入铁助熔剂 0.5g，钨助溶剂 2.0g，锡助溶剂 0.05g（5.2.3），将坩埚放到炉子的支座上，升到燃烧位置，按仪器工作条件，测定二氧化碳的吸光度。

5.5.5.2 以上述标准样品中碳的质量分数为纵坐标，二氧化碳的吸光度为横坐标，绘制工作曲线。以此建立校准曲线，用另一标准样品验证校准，以确认系统处于正常稳定状态。

5.5.6 测定

5.5.6.1 称取试样(6.1)，置于坩埚（5.2.4）中，加入助熔剂（5.2.3）。

5.5.6.2 将坩埚放到炉子的支座上，升到燃烧位置，按仪器说明书中的分析步骤操作，仪器自动扣除空白之后给出碳的测定值，以百分含量表示，结果保留到小数点后第三位。

（若样品出现双峰或拖尾，可适当减少称样量）。

5.6 试验数据处理

根据吸光度与碳质量分数的关系，直接从工作曲线上得出试料中碳的质量分数（仪器自动读取）。取两次平行测定结果的算术平均值为分析结果。

5.7 精密度

根据国家标准 GB/T 6379.2-2004 确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法（ISO 5725-2: 1994, IDT）的规定，对收到的全部数据进行统计分析。[原始数据及统计结果见附件 2。](#)

5.7.1 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 ）按表 4 数据采用线性内插法或外延法求得：

表 4 重复性限

$W_C \%$	1.02	3.37	4.05
$r/\%$	0.05	0.11	0.10

5.7.2 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 5 数据采用线性内插法或外延法求得：

表 5 再现性限

$W_C \%$	1.02	3.37	4.05
$R/\%$	0.05	0.13	0.23

6 试验报告

- 试验报告应包括下列内容：
- 试样；
 - 使用的标准；
 - 使用的方法；
 - 分析结果及其表示；
 - 与基本分析步骤的差异；
 - 测定中观察到的异常现象；
 - 试验日期。