

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

编制说明
(送审稿)

主编单位：贵州省分析测试研究院

深圳市中金岭南有色金属股份有限公司

2022 年 10 月

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

送审稿编制说明

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）。研究过程中，经过试验考察，结合按产品技术条件及各家仪器条件情况，拟增加方法 2 高频燃烧-红外吸收法，由深圳市中金岭南有色金属股份有限公司负责起草。

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把控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。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 $3.00\% \sim 6.00\%$ 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 $1.00\% \sim 6.00\%$ 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、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、北矿检测技术有限公司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。

4.2.3 深圳市中金岭南有色金属股份有限公司

深圳市中金岭南有色金属股份有限公司作为方法 2 的起草单位，在标准制定过程中需承担以下工作：负责统一样品的收集与发放；负责完成银镍石墨中镍含量的测定试验方案并撰写试验报告；负责组织验证单位完成验证报告，并在综合各验证单位意见的基础上提出《标准征求意见稿》；负责汇总精密度数据，完成数理统计工作；负责意见征集与汇总；并负责在标准预审会、审定会上进行项目介绍与答辩，最终形成报批稿，协助标准化技术委员会秘书处完成标准的报批工作。

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》。

5.3 讨论与复验

通过会议、发函征求了数家单位对征求意见稿的意见和建议。在征求意见的过程中，有单位建议增加高频燃烧-红外吸收法测定银镍石墨中的总碳含量，经过试验考察和方法比对，结合与标准相关企业单位的仪器条件情况，经过标准编制小组反复讨论和论证，决定增加方法 2 高频燃烧-红外吸收法，由深圳市中金岭南有色金属股份有限公司负责起草。由国合通用测试评价认证股份公司提供样品，贵州省分析测试研究院、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司制定研究内容、技术路线、和进度安排，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等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，提交了复核报告，并对标准文本提出了中肯的意见和建议。

5.4 编制《预审稿》

根据 2022 年 3 月 30 日网络标准工作会议的修改意见，以及汇总了征求的意见和建议，经过认真讨论分析，吸纳了合理化的建议，并统计了参加单位的复验、复核结果的基础上，形成了《预审稿》和《预审稿编制说明》。

5.5 编制《送审稿》

2022 年 8 月，我院标准编制组主要成员参加了中国有色金属工业标准计量质量研究所组织的有色金属标准编写培训会，根据国家标准委及全国有色金属标准化委员会对标准制修订的最新要求，结合 2022 年 9 月 14 日在江苏省扬州市召开的标准预审会议上的专家意见，对本标准的《预审稿》进行进一步的修改和完善，形成本标准的《送审稿》。

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，依据银镍石墨的产品标准 GB/T 27751-2011《银镍石墨电触头技术条件》的要求，确定测定方法和测定范围，提高了本标准的适用性。

(2) 通过充分调研，采用灵敏度高、精密度和准确度好、操作性强的分析方法，以满足行业对银镍石墨产品实际分析测试的需求，提高了本标准的可操作性；

(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

(一) 方法 1 主要内容的确定依据

1. 适用范围

本标准适用于银镍石墨中镍含量的测定。本标准的测定范围以国内现行的产品标准 GB/T 27751-2011《银镍石墨电触头技术条件》中规定的银镍（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。两个牌号中 C 质量分数分别为：2.0% ± 0.5%，2.5% ± 0.5% 为依据。为了能够充分覆盖产品标准中规定的含量范围，以及生产和应用的实际情况，本标准的测定范围确定为 1%~6%。

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. 主要技术参数的考察

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 ~3.00	0.3
3.00 ~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 克纯铜	0.3002	3.205
	0.3000	3.198
	0.3000	3.232

加入纯铁和纯铜助熔剂,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 1# 样品 (AgNi30C3+纯铁按 1:1 比例混合)、2# 样品 (AgNi25C2)、3# 样品 (AgNi30C3) 3 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	检测值 (%)	平均值 (%)	标准偏差	相对标准差 (%)
1#	1.58;1.65;1.60;1.60;1.63;1.49;1.55;1.50; 1.60;1.65;1.48	1.58	0.06219	3.95
2#	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
3#	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

3.6 加标回收试验

按样品分析步骤，在 2#、3# 2 个试样中分别加入钢标准物质进行加标回收试验，测定结果如表 8。

表 8 加标回收试验

银镍石墨样品			钢标			测定值 (mg)	回收率 (%)
牌号	试样质量 (g)	碳量 (mg)	称样量 (g)	碳含量 (%)	碳加入量 (mg)		
2# (C: 3.93%)	0.1501	5.8989	0.1001	0.15	1.5015	7.3884	99.2
	0.1502	5.9029	0.1002	0.21	2.1042	7.9566	97.6
	0.1500	5.8950	0.1002	0.35	3.5070	9.4827	102.3
3# (C: 3.19%)	0.1503	4.7946	0.1002	0.15	1.5030	6.3502	103.5
	0.1502	4.7914	0.1001	0.21	2.1021	6.8641	98.6
	0.1502	4.7914	0.1000	0.35	3.5000	8.2145	97.8

4、方法 1 结论

通过对 1#、2#、3# 3 个试样分别进行 11 次平行测定，所得标准偏差 ($n=11$) 分别为 0.06219、0.05870、0.1090，相对标准偏差分别为 3.95%、1.49%、3.42%，对两个样品进行加标回收试验，回收率为 97.6%~103.5% 之间，表明该方法稳定、准确可靠。

(二) 方法 2 主要内容的确定依据

本文件是首次制定，并且是在充分调研了银镍石墨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。

5 测定范围的确定

本标准适用于银镍石墨中镍含量的测定。本标准的测定范围以国内现行的产品标准 GB/T 27751-2011《银镍石墨电触头技术条件》中规定的银镍(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。两个牌号中 C 质量分数分别为： $2.0\% \pm 0.5\%$ ， $2.5\% \pm 0.5\%$ 为依据。为了能够充分覆盖产品标准中规定的含量范围，以及生产和应用的实际情况，本标准的测定范围确定为 1%~6%。

6 测定方法

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。

7 称样量实验

分别称取 0.05g-0.20g 试样按照选定的试验方法进行测定，所得结果如表 9:

表 9 不同称样量对 C 含量的影响

C 含量%	称样量 g				
	0.05	0.10	0.15	0.20	0.25
2#	4.082	4.109	4.137	4.096	4.108
3#	3.382	3.373	3.397	3.394	3.385
现象	熔体光滑，峰形光滑	熔体光滑，峰形光滑	熔体光滑，峰形光滑	熔体光滑，峰形光滑	熔体光滑，峰形光滑

从表 9 结果可知，称样量在 0.05-0.25 之间，对结果影响不大。考虑到称样量过少样品代表性会较差，粉末状样品不宜称样过多，否则燃烧反应过激而喷溅严重，碳释放不稳定，造成拖尾现象，同时粉尘多，造渣多，仪器设备容易堵塞。因此试验选择称样量为 0.10g。

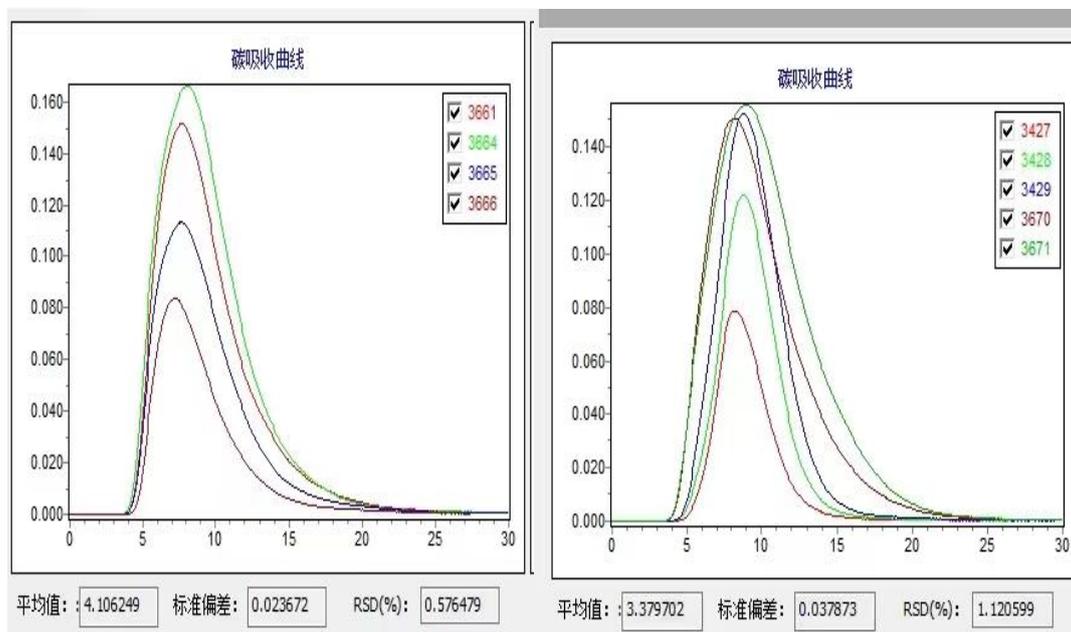


图 1: 2#样品称样量 (0.05-0.20g) 吸收曲线 图 2: 3#样品称样量 (0.05-0.25g) 吸收曲线

8 助溶剂实验

助溶剂的选择及用量直接关系到样品在燃烧过程中是否完全释放,助溶剂的先后顺序对测试也有着密切关系。纯铁,锡粒是高电磁感应性金属,可弥补测试样品电磁感应不足,有效提升样品的导磁性。钨是高熔点金属,可提高试样的热容量。为了试样更加成分燃烧,试验对助溶剂种类,用量,加入顺序进行了多次试验。

8.1 助溶剂种类试验

分别加入钨助熔剂,钨+铁助熔剂,钨+铁+锡助熔剂进行实验,结果及现象如表 10

表 10 不同种类的助溶剂对 C 含量的影响

C 含量%	助溶剂的种类		
	2.0g 钨助熔剂	0.5g 铁助熔剂+2.0 钨	0.5g 铁+2.0 钨 +0.05g 锡助熔剂
2#	4.02/4.08	4.11/4.05	4.14/4.15
试样熔融及出峰情况	熔体不光滑,熔体有孔洞,样品有飞溅	熔体不光滑,有蜂窝状,样品有飞溅	熔体光滑,释放曲线顺畅

由表 10 可以看出,助溶剂的种类对 C 含量的检测有轻微影响,不加锡粒时,样品都有轻微的飞溅,平行性稍差,加入锡粒后,测定值略有增加,平行性更好,熔体光滑,释放曲线顺畅。实验选择铁助熔剂+钨 2.0 助熔剂+0.05g 锡助熔剂。

8.2 钨助溶剂加入量实验

分别加入 1.0g-2.0g 钨助熔剂进行实验,如表 11

表 11 不同钨助溶剂对 C 含量的影响

C 含量%	钨助溶剂量 g		
	1.0	1.2	1.5
2#	4.109/4.080	4.054/4.127	4.042/4.094
试样熔融及出峰情况	熔体光滑,释放曲线顺畅	熔体光滑,释放曲线顺畅	熔体光滑,释放曲线顺畅

结论:钨助溶剂 1.0~2.0g 对结果影响不大,但是钨助溶剂比重大,试验选择 1.5~2.0g,完全覆盖试样即可,防止样品在吹氧和燃烧过程中飞溅损失。

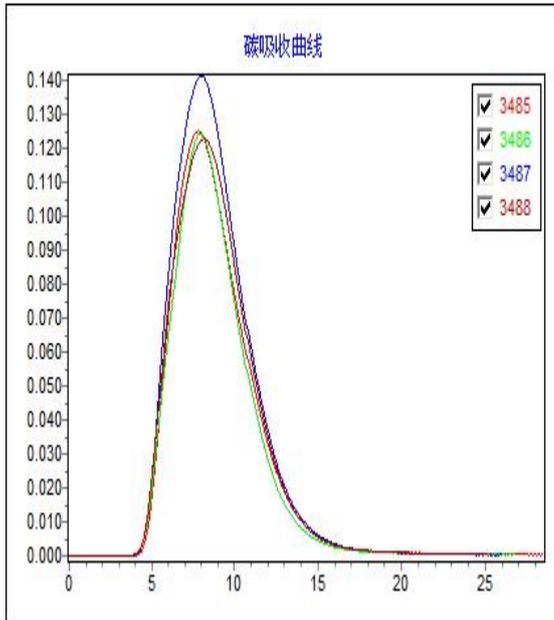


图 3：钨变量吸收曲线图-第 1 批次

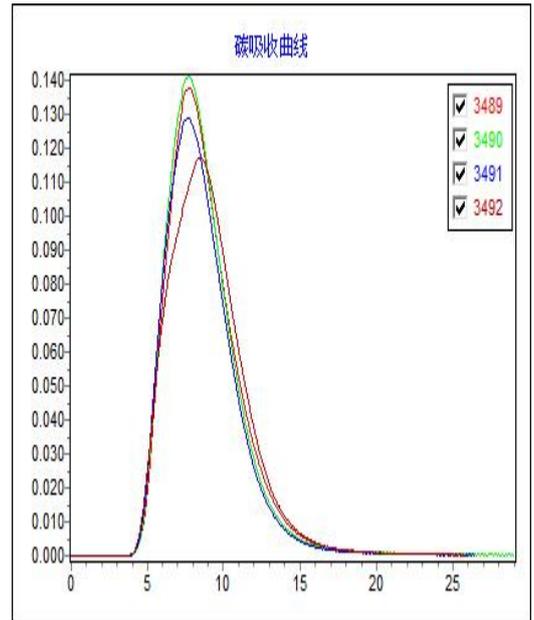


图 4：钨变量吸收曲线图-第 2 批次

2 批次

8.3 铁助溶剂的加入量及加入顺序试验

分别按表 12 加入不同量的铁助溶剂，及铁加入顺序，其他钨粒+锡粒不变，试验结果见表 12

表 12 铁助溶剂对 C 含量的影响

铁助溶剂加入量及加入顺序	2#	2#试验现象	3#	3#试验现象
样品铺底 + 铁 0 g	4.081/4.112	少许飞溅	3.465/3.463	少许飞溅
样品铺底+ 铁 0.2g	4.162/4.139	熔体光滑，释放曲线顺畅	3.379	熔体光滑，释放曲线顺畅
样品铺底+ 铁 0.5g	4.109/4.084/4.167	熔体光滑，释放曲线顺畅	3.382	熔体光滑，释放曲线顺畅
铁 0.2g+样品+铁 0.2g	4.048/4.122	熔体光滑，释放曲线顺畅	3.356	熔体光滑，释放曲线顺畅
铁 0.2g+样品+铁 0.5g	4.045/4.125	熔体光滑，释放曲线顺畅	3.387	熔体光滑，释放曲线顺畅
铁 0.5g+样品+铁 0.5g	4.140/4.142/4.088	熔体光滑，释放曲线顺畅	3.402	熔体光滑，释放曲线顺畅
铁 0.5g+样品+铁 0 g	3.899/3.879/3.771 /3.919/3.814	熔体光滑，释放曲线顺畅	3.396/3.427/3.415	熔体光滑，释放曲线顺畅

根据文献显示，对于部分复杂碱性物质，为了使燃烧更加成分，将铁添加于试样上下，

将试样包裹，有利于产生电磁感应涡流，使试样充分燃烧，碳释放完全。

由表 12 可以看出，银镍石墨样品属于易燃物质，只要样品上面覆盖了铁 0.2-0.5g，都能保证样品燃烧完全，结果稳定。考虑到本实验样品为粉末状，比重轻，占地面积稍大，本实验选择铁助熔剂量为 0.5g 完全覆盖在样品上面。

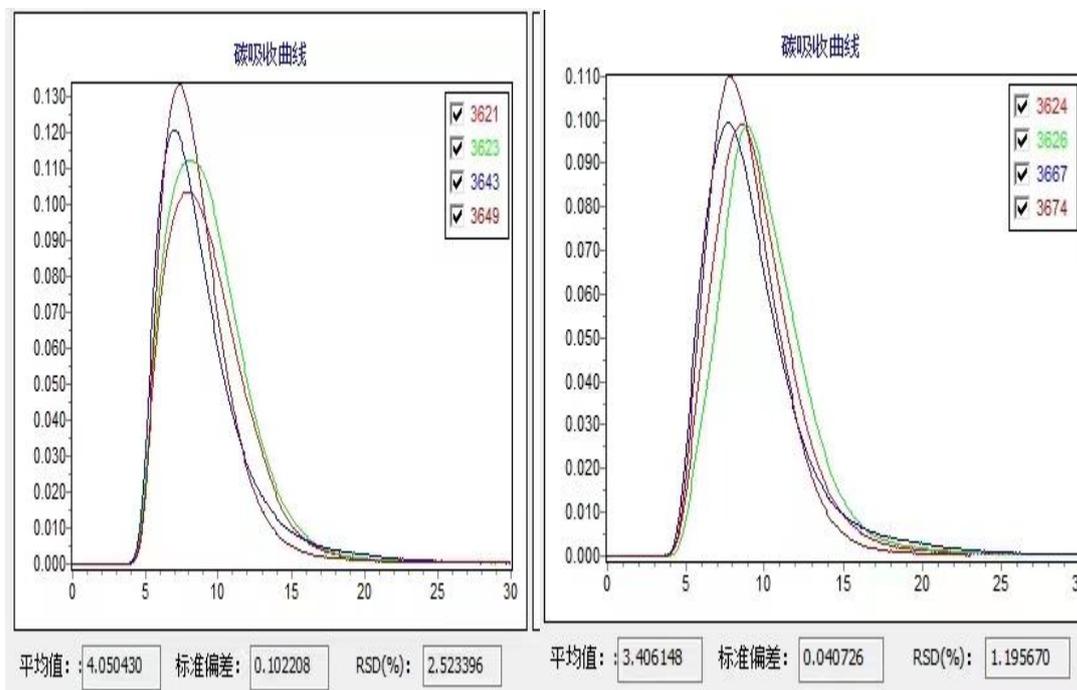


图 4：2 号样品铁加入顺序吸收曲线

图 5：3 号样品铁加入顺序吸收曲线

8.4 锡助熔剂加入量实验

锡的熔点为 231℃，加入锡助熔剂可降低整个燃烧体系的熔点，起到助熔的作用。分别加入 0.020g-0.2g 锡助熔剂进行实验，如表 13

表 13 不同锡助溶剂量对 C 含量的影响

C 含量%	锡助溶剂量 g				
	0	0.02	0.05	0.1	0.2
2#	4.009/4.080	4.084/4.127	4.072/4.094	4.069/4.056	4.101/4.089
试样熔融及出峰情况	熔体蜂窝状，有飞溅	熔体光滑，释放曲线顺畅	熔体光滑，释放曲线顺畅	熔体光滑，释放曲线顺畅	熔体光滑，释放曲线顺畅，坩埚上有粉尘

结论：不加锡助溶剂时，样品有飞溅。锡助溶剂 0.02~0.2g 对结果影响不大，但是锡助溶剂加入量大，易产生大量粉尘，燃烧后粉尘掉落在坩埚上，易堵塞仪器，需经常清扫。试验选择锡助溶剂 0.05g，保证样品燃烧完全，不飞溅即可。

9 银、镍干扰实验

表 14 银、镍干扰实验

样品名称	C 含量(%)	样品名称	C 含量 (%)
2#0.0501g	4.095	3#0.0503g	3.453
2#0.0487g+银 0.025g	4.088	3#0.0501g+镍 0.05g	3.409
2#0.0513g+银 0.050g	4.099	3#0.0501g+镍 0.075g	3.408
2#0.0514g+银 0.075g	4.117	3#0.0494g+镍 0.10g	3.430
2#0.0535g+银 0.05g+镍 0.05g	4.145/4.099		

结论：从表 14 数据可知，样品中的银，镍对 C 含量的检测没有干扰。

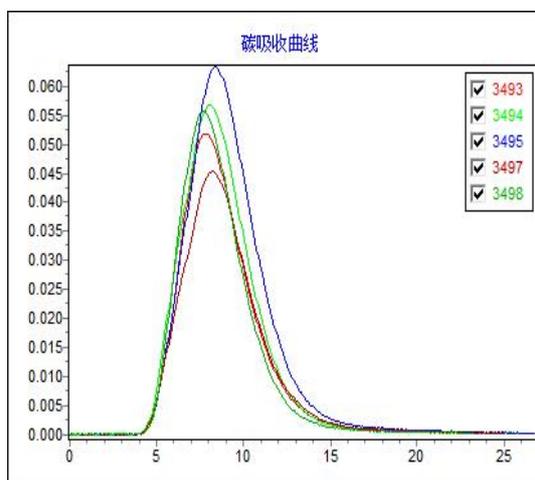


图 6：不同银量对 2#样品碳干扰的吸收曲线

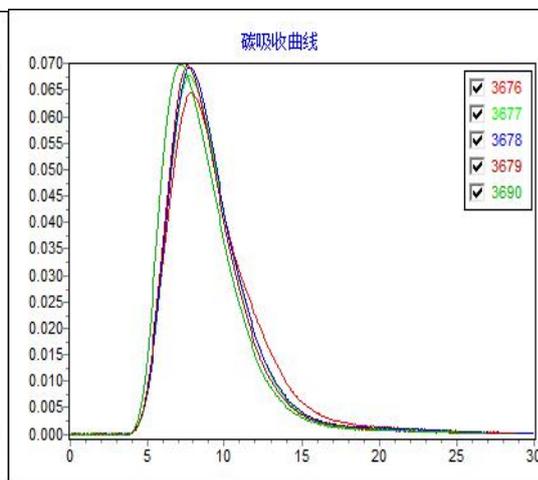


图 7：不同镍量对 3#样品中碳干扰的吸收曲线图

10 校准曲线

分别以空白、C 标准样品 0.45%（编号 DBB21-4-89）、1.55%（0.0500g 编号 72009 标准样品 +0.500g 银粉）、2.02%（0.0500g 编号 72002 标准样品 +0.0500g 镍粉）、3.10%（编号 72009）、4.04%（编号 72002）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。由图 8 可知，工作曲线的相关系数为 0.998。

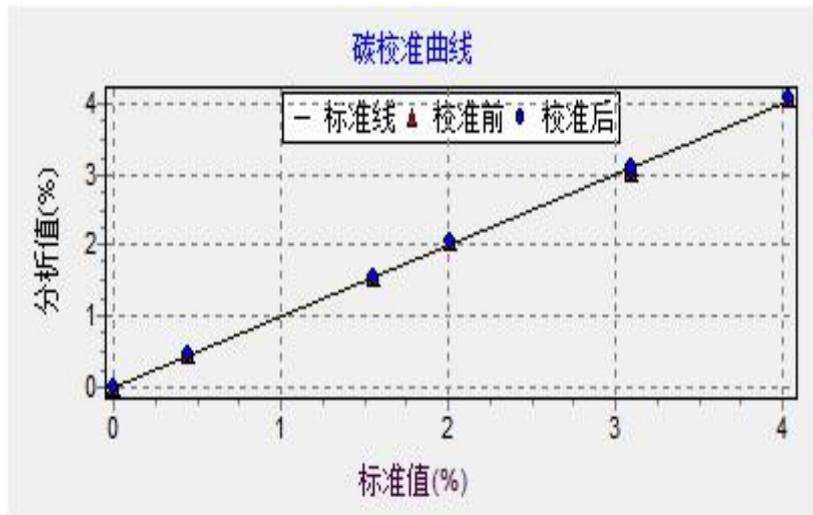


图 8：碳校准曲线

11 方法检出和测定下限

检出限：以连续测定 11 次空白值的 3 倍标准偏差计算检出限。

测定下限：以连续测定 11 次空白值标准偏差 10 倍对应的含量作为分析方法测定下限。

表 15 碳检出限及测定下限试验

空白测定值/%	平均值/%	标准偏差/%	检出限/%	测定下限/%
0.000015*3、0.000035*2、0.000005、 0.000002、0.000003、0.000040、 0.000000*2	0.000015	0.0000151	0.000045	0.00015

从表 15 结果可知，坩埚、纯铁、钨、锡中碳空白值低且稳定，测定下限能满足方法中测定下限的要求。

12 精密度实验

按照试样的分析步骤对不同碳含量的合金样品进行 11 次测定，结果见表 16。

表 16 精密度试验

编号	1#	2#	3#
1	1.025	4.104	3.320
2	1.032	4.146	3.373
3	0.998	4.112	3.397
4	1.025	4.093	3.394
5	1.031	4.065	3.341
6	1.012	4.108	3.329
7	1.022	4.057	3.382

8	0.994	4.101	3.379
9	0.987	4.032	3.402
10	1.023	4.045	3.423
11	1.006	4.127	3.385
平均值/%	1.014	4.090	3.375
SD/%	0.015	0.035	0.027
RSD/%	1.503	0.865	0.786

从表 16 数据可知，不同含量 C 的 RSD 在 0.78%-1.50%之间，可以满足银镍石墨中 C 的测定。

13 加标回收实验

表 17 样品的加标回收实验

银镍石墨样品			钢 标			测定值 (mg)	回收率 (%)
牌号	试样质量 (g)	碳量 (mg)	称样量 (g)	碳含量 (%)	碳加入量 (mg)		
2# (C: 4.090%)	0.0512	2.094	0.0532	0.45	0.239	2.329	98.1
	0.0506	2.069	0.0509	3.1	1.578	3.667	101.2
	0.0508	2.078	0.0511	4.04	2.064	4.166	101.1
3# (C: 3.375%)	0.0523	1.766	0.0506	0.45	0.228	2.001	103.6
	0.0509	1.718	0.0503	3.10	1.559	3.324	103.0
	0.0517	1.745	0.0502	4.04	2.028	3.767	99.7

从表 8 数据可知，此方法 C 含量的加标回收率在 98.1-103.0 之间，可以满足 C 的测定。

14 方法 2 结论

由以上实验结果可以看出，样品使用高频红外吸收碳硫仪测定银镍石墨中 1.0%-6.0%的 C 是可行的，样品测定的相对标准偏差在 0.78%-1.50%之间，回收率在 98.1-103.0 之间，结果准确度高、精密度好，满足分析要求

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

1 标准编写的目的和意义

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。通过调整银、镍及石墨三种成分的比例，就可以制备成不同牌号的银镍石墨材料，而三者比例的不同，其材料的物理性能也就不同，因此其化学成分的确就尤为重要。银元素是银镍石墨中的一种主要成分，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，准确测定银镍石墨中银元素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、以及银镍石墨废料回收利用等具有十分重要的支撑作用。

目前，银镍石墨的产品标准 GB/T 27751-2011《银镍石墨电触头技术条件》已发布并实施，其中规定了银镍（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，银镍（25）石墨（2）中 Ni 质量分数为 $26.5\% \pm 1.5\%$ ，C 质量分数为 $2.0\% \pm 0.5\%$ ，Ag 为余量；规定银镍（30）石墨（3）中 Ni 质量分数为 $31\% \pm 1\%$ ，C 质量分数为 $2.5\% \pm 0.5\%$ ，Ag 为余量。目前市场上还包含其他不同组成的银镍石墨产品。

在国内有色金属行业，还缺少一整套针对银镍石墨中化学元素的测试标准。为了保证银镍石墨批量生产的质量、规范银镍石墨产品市场、确保产品的质量稳定性，满足行业对银镍石墨研发、生产和检测的需求，十分有必要制订包括碳元素在内的分析方法标准。以往采用气体容量法进行测定，在充分调研的基础上，结合按产品技术条件及各家仪器条件情况，本标准中增加了高频燃烧红外吸收法进行分析。通过分析发现，此方法对于测定方法简便、操作简单，分析效果好，对环境污染小。

2 标准预期的作用和效益

本标准充分考虑了目前国内银镍石墨生产、研发、应用和检测的实际技术水平。本标准颁布执行后，将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。

十、贯彻标准的要求和措施建议

建议向银镍石墨研发、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

本标准为首次制定，不涉及相关标准的废止。

十二、其它应予说明的事项

无。

《银镍石墨总碳含量的测定》行业标准编制小组

2022年10月

附件 1:

银镍石墨化学分析方法
第 3 部分：总碳含量的测定
方法 1 气体容量法
精密度试验数据处理

1 各实验室实验数据

附表 1

	样品编号	1#	2#	3#
贵州省分析测试研究院	1	1.58	4.02	3.18
	2	1.65	3.97	3.34
	3	1.60	3.92	3.15
	4	1.60	3.89	3.20
	5	1.63	3.90	3.23
	6	1.49	3.84	3.28
	7	1.55	3.85	3.21
	8	1.50	3.91	3.27
	9	1.60	3.96	2.95
	10	1.65	3.92	3.25
	11	1.48	4.01	3.06
	平均值/%	1.575	3.926	3.193
	SD/%	0.06219	0.05870	0.1090
	RSD/%	3.95	1.49	3.42
中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	1	1.626	3.981	3.295
	2	1.642	3.911	3.302
	3	1.501	3.896	3.246
	4	1.639	4.064	3.086
	5	1.598	3.986	3.270
	6	1.630	3.978	3.313
	7	1.649	4.000	3.296
	8	1.603	3.980	3.241
	9	1.593	3.925	3.349
	10	1.678	3.879	3.119
	11	1.638	4.072	3.341
	平均值/%	1.618	3.970	3.260
	SD/%	0.046	0.063	0.085
	RSD/%	2.84	1.59	2.61
深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	1	1.62	4.10	3.26
	2	1.59	3.98	3.25
	3	1.68	3.89	3.28
	4	1.64	4.06	3.31

	5	1.65	4.07	3.29
	6	1.59	4.03	3.24
	7	1.63	3.88	3.21
	8	1.54	3.91	3.19
	9	1.57	3.94	3.17
	10	1.59	4.04	3.22
	11	1.56	4.06	3.24
	平均值/%	1.605	3.996	3.242
	SD/%	0.042	0.071	0.042
	RSD/%	2.616	1.779	1.302
贵研铂业股份有限公司	1	1.67	3.96	3.38
	2	1.66	3.77	3.38
	3	1.71	3.88	3.38
	4	1.70	3.88	3.35
	5	1.70	3.86	3.33
	6	1.71	3.87	3.35
	7	1.71	3.96	3.36
	8	1.69	3.91	3.39
	9	1.70	4.00	3.42
	10	1.69	3.93	3.39
	11	1.70	3.93	3.39
	平均值/%	1.695	3.905	3.375
	SD/%	0.01713	0.06251	0.02505
	RSD/%	1.01	1.60	0.74
郴州市产商品质量监督检验所	1	1.62	3.80	3.19
	2	1.48	3.82	3.20
	3	1.52	3.91	3.24
	4	1.64	3.76	3.16
	5	1.58	3.91	3.17
	6	1.59	3.89	3.13
	7	1.55	4.00	3.19
	8	1.58	3.80	3.19
	9	1.52	3.86	3.18
	10	1.56	3.84	3.18
	11	1.60	3.80	3.26
	平均值/%	1.567	3.854	3.190
	SD/%	0.04735	0.06918	0.03550
	RSD/%	3.0	1.8	1.2

2、单元平均值和标准差的统计

由附表 1 的数据，统计单元平均值和标准差如附表 2

附表2 单元平均值

	验证单位		1#	2#	3#
1	贵州省分析测试研究院	测定次数 (次)	11	11	11
		平均值 (%)	1.575	3.926	3.193
		标准偏差 (%)	0.06219	0.05870	0.1090
2	中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	测定次数 (次)	11	11	11
		平均值 (%)	1.618	3.970	3.260
		标准偏差 (%)	0.046	0.063	0.085
3	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	测定次数 (次)	11	11	11
		平均值 (%)	1.605	3.996	3.242
		标准偏差 (%)	0.042	0.071	0.042
4	贵研铂业股份有限公司	测定次数 (次)	11	11	11
		平均值 (%)	1.695	3.905	3.375
		标准偏差 (%)	0.01713	0.06251	0.02505
5	郴州市产商品质量监督检验所	测定次数 (次)	11	11	11
		平均值 (%)	1.567	3.854	3.190
		标准偏差 (%)	0.04735	0.06918	0.03550

通过以上数据统计，再通过下列公式，计算出 s_r 和 s_R 。

$$T_1 = \sum n_i \times \bar{y}_i, T_2 = \sum n_i \times (\bar{y}_i)^2, T_3 = \sum n_i, T_4 = \sum n_i^2, T_5 = \sum (n_i - 1) \times s_i^2,$$

$$s_r = \sqrt{\frac{T_5}{T_3 - p}}; s_L^2 = \left[\frac{T_2 \times T_3 - T_1^2}{T_3(p-1)} - s_r^2 \right] \times \left[\frac{T_3(p-1)}{T_3^2 - T_4} \right], s_R = \sqrt{s_L^2 + s_r^2}$$

3 重复性和再现性的确定

由以上计算出的 s_r 和 s_R ，得重复性限为 ($s_r \times 2.8$)，再现性限为 ($s_R \times 2.8$)。在此基础上，通过与验证单位的讨论，考虑到实际分析测试误差情况，最终确定本方法的重复性限和允许差如附表3和附表4。

附表 3 方法 1 的重复性限

W_C %	1.60	3.20	4.00
r / %	0.12	0.18	0.17

附表 4 方法 1 的允许差

W_C %	1.60	3.20	4.00
R / %	0.18	0.27	0.22

附件 2:

银镍石墨化学分析方法
第 3 部分：总碳含量的测定
方法 2 高频燃烧-红外吸收法
精密度试验数据处理

1 各实验室实验数据

附表 5

	样品编号	1#	2#	3#
深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	1	1.025	4.104	3.320
	2	1.032	4.146	3.373
	3	0.998	4.112	3.397
	4	1.025	4.093	3.394
	5	1.031	4.065	3.341
	6	1.012	4.108	3.329
	7	1.022	4.057	3.382
	8	0.994	4.101	3.379
	9	0.9687	4.032	3.402
	10	1.023	4.045	3.423
	11	1.006	4.127	3.385
	平均值/%	1.014	4.090	3.375
	SD/%	0.015	0.035	0.027
	RSD/%	1.503	0.865	0.786
郴州市产商品质量监督检验所	1	1.008	4.025	3.428
	2	1.014	3.980	3.378
	3	1.026	3.960	3.408
	4	1.039	3.957	3.326
	5	1.004	3.903	3.436
	6	1.011	3.912	3.343
	7	1.026	3.901	3.536
	8	1.046	3.980	3.418
	9	1.052	4.046	3.504
	10	1.007	3.949	3.521
	11	1.022	3.996	3.376
	平均值/%	1.023	3.964	3.425
	SD/%	0.016	0.048	0.070
	RSD/%	1.56	1.20	2.05
中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	1	0.997	4.021	3.325
	2	1.028	4.085	3.378
	3	1.011	4.067	3.336
	4	1.007	4.112	3.371

	5	0.998	4.049	3.387
	6	1.017	4.054	3.348
	7	1.022	4.087	3.381
	8	1.003	4.044	3.364
	9	0.986	4.087	3.346
	10	1.014	4.074	3.371
	11	1.027	4.039	3.334
	平均值/%	1.01	4.065	3.358
	SD/%	0.013	0.027	0.021
	RSD/%	1.317	0.65	0.63
贵州省分析测试研究院	1	1.006	4.163	3.36
	2	1.024	4.171	3.389
	3	1.029	4.152	3.323
	4	1.012	4.146	3.344
	5	1.015	4.195	3.326
	6	1.007	4.169	3.379
	7	1.034	4.123	3.391
	8	1.035	4.101	3.352
	平均值/%	1.020	4.153	3.358
	SD/%	0.012	0.029	0.027
	RSD/%	1.15	0.71	0.79
贵研铂业股份有限公司	1	/	3.96	3.38
	2	/	4.00	3.36
	3	/	3.93	3.38
	4	/	3.93	3.35
	5	/	3.91	3.39
	平均值/%	/	3.946	3.372
	SD/%	/	0.035	0.016
	RSD/%	/	0.89	0.49
中金岭南韶关冶炼厂	1	1.026	4.122	3.331
	2	1.011	4.129	3.363
	3	1.002	4.135	3.389
	4	1.031	4.101	3.397
	5	1.022	4.038	3.352
	6	1.015	4.108	3.327
	7	1.022	4.057	3.381
	8	0.999	4.101	3.377
	9	0.995	4.044	3.398
	10	1.025	4.058	3.411
	11	1.010	4.117	3.391
	平均值/%	1.018	4.106	3.360
	SD/%	0.010	0.033	0.029
	RSD/%	0.999	0.802	0.853

北矿检测技术有限公司	1	1.027	4.007	3.396
	2	1.045	4.002	3.403
	3	1.014	4.013	3.391
	4	0.991	3.971	3.410
	5	1.011	3.955	3.409
	6	1.024	3.975	3.366
	7	1.015	4.011	3.412
	平均值/%	1.019	3.991	3.398
	SD/%	0.013	0.020	0.012
	RSD/%	1.276	0.501	0.353

2、单元平均值的计算

由附表 5 的数据，计算单元平均值如表 6

附表 6 单元平均值

	名称	1#	2#	3#
1	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	1.014	4.090	3.375
2	郴州市产商品质量监督检验所	1.023	3.964	3.425
3	中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	1.01	4.065	3.358
4	贵州省分析测试研究院	1.020	4.153	3.358
5	贵研铂业股份有限公司	/	3.946	3.372
6	中金岭南韶关冶炼厂	1.018	4.106	3.360
7	北矿检测技术有限公司	1.019	3.991	3.398

3、单元离散度的计算

附表 7 单元标准差

	名称	1#	2#	3#
1	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	0.019362029	0.035695938	0.032162089
2	郴州市产商品质量监督检验所	0.016467047	0.047605385	0.070271551
3	中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	0.013304135	0.026628078	0.021298314
4	贵州省分析测试研究院	0.011780735	0.029510289	0.026661904
5	贵研铂业股份有限公司	/	0.035071356	0.016431677
6	中金岭南韶关冶炼厂	0.011985597	0.035723433	0.027763613
7	北矿检测技术有限公司	0.01657738	0.023136242	0.016139275

3.1 一致性和离群值的检查

3.1.1 柯克伦检验

各实验室提供的精密度数据的重复次数不一，根据 GB/T 6379.2-2004 规定 n 可取为多

数单元中的检测结果数，同时查表 GB/T 6379.2-2004, C 临界值采用 $n=5$, $p=7$, 此时柯克伦检验 5%临界值为 0.431, 1%临界值为 0.508。柯克伦检验结果见附表 8, 检验结果表明实验室 2 (郴州市产商品质量监督检验所) 水平 3 有一离群值。歧离值 (用单星号 (*) 标出) 予以保留, 离群值 (用双星号 (**)) 标出) 予以剔除。

附表 8 柯克伦检验

柯克伦检验显示, 实验室 2 的水平 3 离群值舍去。

实验室		水平 1	水平 2	水平 3
各实验室 测定结果 标准偏差	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司(1)	0.015	0.035	0.027
	郴州市产商品质量监督检验所 (2)	0.016	0.0476	0.0703
	中国有色桂林矿产地质研究院有限公司 (3)	0.013	0.027	0.021
	贵州省分析测试研究院 (4)	0.012	0.029	0.027
	贵研铂业股份有限公司 (5)	/	0.035	0.016
	韶关冶炼厂 (6)	0.010	0.033	0.029
	北矿检测技术有限公司 (7)	0.013	0.020	0.012
标准偏差最大值 Smax		0.016	0.0476	0.0703
Smax 平方		0.00026	0.00023	0.00494
各实验室偏差平方和		0.00119	0.00792	0.00798
柯克伦检验 C 值		0.21549	0.28624	0.6190**

3.1.2 格拉布斯检验

附表 9 格拉布斯检验

实验室 i	水平 1	水平 2	水平 3
总平均	1.017	4.043	3.380
S	0.0048	0.0768	0.0239
Gmax	1.3187	1.4367	1.8759
Gmin	1.3881	1.2599	0.9260
p=7, 格拉布斯检验, Gp 或 G1: 5%临界值为 2.139, 1%临界值为 2.215			

进行格拉布斯检验, 如上表所示, 无离群值。

3.2 精密度计算

剔除离群值后, 重复性、再现性计算结果见附表 10。

附表 10 重复性和再现性

统计量	1	2	3
Sr2	0.000183115	0.001169421	0.000589152
SL2	9.3868E-07	0.005375685	0.000137144
SR2	0.000184054	0.006545106	0.000726296
Sr	0.013532013	0.034196799	0.024272457
SR	0.013566653	0.080901831	0.026949877
总平均值	1.017	4.052	3.369
r	0.04304	0.09776	0.10463
R	0.04254	0.22600	0.12346

附件 3:

行业标准送审稿意见汇总处理表

标准项目名称: 银镍石墨化学分析方法 第 3 部分: 总碳含量的测定 方法 2 高频燃烧-红外吸收法

承办人: 左鸿毅

共 1 页 第 1 页

标准项目负责起草单位: 深圳市中金岭南有色金属股份有限公司

联系电话: 13640186771

2022

年 9 月 4 日填写

序号	标准章节编号	意见内容	提出单位	处理意见	备注
1		无意见	韶关冶炼厂		
2		无意见	郴州市商品质量监督检验所		
3		无意见	中国有色桂林矿产地质研究院有限公司		
4		无意见	贵州省分析测试研究院		
5		无意见	贵研铂业股份有限公司		
6		无意见	北矿检测技术有限公司		
7					

说明: (1) 发送《征求意见稿》的单位数: 6 个;

(2) 收到《征求意见稿》后, 回函的单位数: 6 个;

(3) 收到《征求意见稿》后, 回函并有建议或意见的单位数: 0 个;

(4) 没有回函的单位数: 0 个。