

ICS 77.120.99

H 15



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXX—XXXX

代替GB/T15072.2-2008、GB/T15072.5-2008

贵金属合金化学分析方法 第2部分：银含量的测定

Method for chemical analysis of precious metal alloys

Part 2: Determination of silver content

(送审稿)

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

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 GB/T 15072 《贵金属合金化学分析方法》第 2 部分，GB/T 15072 由 17 个部分构成：

- 第 1 部分：金含量的测定。
- 第 2 部分：银含量的测定。
- 第 3 部分：铂含量的测定。
- 第 4 部分：钯含量的测定。
- 第 6 部分：铱含量的测定。
- 第 7 部分：多元素含量的测定。
- 第 8 部分：铜含量的测定。
- 第 9 部分：铟、锆含量的测定。
- 第 10 部分：镍含量的测定。
- 第 12 部分：钒、铈、钆、钇含量的测定。
- 第 17 部分：钨含量的测定。
- 第 20 部分：铑含量的测定。
- 第 21 部分：钌含量的测定。
- 第 22 部分：锰含量的测定。
- 第 23 部分：钴含量的测定。
- 第 24 部分：锡含量的测定。
- 第 25 部分：铜、锰、铋、镍含量的测定。

本文件代替 GB/T 15072.2-2008 《贵金属合金化学分析方法 银合金中银含量的测定》和 GB/T 15072.5-2008 《贵金属合金化学分析方法 金、钯合金中银含量的测定》，与 GB/T 15072.2-2008、GB/T 15072.5-2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 更改了滴定设备，将氯化钠电位滴定法中“电位计”更改为“自动电位测定仪”（见 4.3，见 2008 年版的 5.2）；

b) 增加了重复性和再现性（见 4.7、5.7、6.7）；

c) 增加了“火试金重量法”（见第 6 章）；

d) 删除了“允许差”要求（见 2008 年版的第 9 章）。

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。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：贵研检测科技（云南）有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、贵研资源（易门）有限公司、北矿检测技术股份有限公司、云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司、云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司丹霞冶炼厂、紫金矿业集团股份有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、广东省科学院工业分析检测中心、江西省君鑫贵金属科技材料有限公司、南京市产品质量监督检验院（南京市质量发展与先进技术应用研究院）、金川集团股份有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、有研亿金新材料有限公司、中宝正信金银珠宝首饰检测有限公司。

本文件主要起草人：程山、滕龙、杨辉、向磊、杨梅英、钱栋、贾贵发、唐福彪、金娅秋、朱武勋、李秋莹、陈国华、李勇、史博洋、陈晓科、张新苗、龙秀甲、张卓佳、邱彩淋、郁丰善、高瑞峰、马丽、张月、刘朝方、刘振江、韩继标、许铭、李力、赖晓玲、冯虎林、杨华东、陈景兴、陈能、李倍、温帆、林宇、马晓玉、张玉香、陈丽华、冯燕波。

本文件及其所替代文件发布情况：

本文件 1978 年首次发布，1994 年第一次整合修订，2008 年第二次修订，本次为第三次整合修订。

引 言

贵金属合金是由一种或多种贵金属（如金、银、铂、钯等）与其他金属或非金属元素组成的合金材料。这些合金不仅能够保持贵金属的优良属性，如耐腐蚀性、导电性、延展性等，还能通过添加其他金属来改变或增强合金的某些物理、化学或机械性能。这使得贵金属合金在提高材料实用性和降低成本方面具有重要意义，广泛应用于汽车工业、电子通讯、新能源、石油化工、兵器工业、航空航天等领域。GB/T 15072 旨在建立一套化学成分分析的方法标准，以满足贵金属合金产品生产和贸易的需求。

GB/T 15072 由 17 个部分构成。

- 第 1 部分：金含量的测定。目的在于建立电位滴定法和火试金重量法测定贵金属合金中金含量的方法。
- 第 2 部分：银含量的测定。目的在于建立电位滴定法和火试金重量法测定贵金属合金中银含量的方法。
- 第 3 部分：铂含量的测定。目的在于建立电位滴定法测定贵金属合金中铂含量的方法。
- 第 4 部分：钯含量的测定。目的在于建立重量法和滴定法测定贵金属合金中钯含量的方法。
- 第 6 部分：铱含量的测定。目的在于建立电位滴定法测定贵金属合金中铱含量的方法。
- 第 7 部分：多元素含量的测定。电感耦合等离子体原子发射光谱法测定贵金属合金中多元素含量的测定方法。
- 第 8 部分：铜含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中铜含量的方法。
- 第 9 部分：铟、锆含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中铟、锆含量的方法。
- 第 10 部分：镍含量的测定。目的在于建立滴定法和重量法测定贵金属合金中镍含量的方法。
- 第 12 部分：钒、铈、钨、钇含量的测定。目的在于建立分光光度法测定贵金属合金中钒、铈、钨、钇含量的方法。
- 第 17 部分：钨含量的测定。目的在于建立重量法测定贵金属合金中钨含量的方法。
- 第 20 部分：铑含量的测定。目的在于建立分光光度法和重量法测定贵金属合金中铑含量的方法。
- 第 21 部分：钌含量的测定。目的在于建立分光光度法测定贵金属合金中钌含量的方法。
- 第 22 部分：锰含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中锰含量的方法。
- 第 23 部分：钴含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中钴含量的方法。
- 第 24 部分：锡含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中锡含量的方法。
- 第 25 部分：铜、锰、铈、镍含量的测定。目的在于建立原子吸收光谱法测定贵金属合金中铜、锰、铈、镍含量的方法。

自 1978 年以来，先后发布了 2 个版本的 GB/T 15072。GB/T 15072.2-2008 和 GB/T 15072.5-2008 发布实施已十余年，均为贵金属合金中银含量的测定方法，为了提升标准的实用性，确有必要对 GB/T 15072.2-2008 和 GB/T 15072.5-2008 进行整合修订，确保标准适应行业变化和市场需求。

本文件进一步提高了标准的适用性，测定范围完全覆盖产品标准要求，满足了市场需求。在提升贵金属合金产品质量，促进其生产、贸易及扩大应用需求方面具有重要意义。

贵金属合金化学分析方法

第2部分：银含量的测定

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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

本文件描述了氯化钠电位滴定法、碘化钾电位滴定法和火试金重量法对贵金属合金中银含量的测定方法。

本文件适用于贵金属合金中银含量的测定。氯化钠电位滴定法和碘化钾电位滴定法测定范围（质量分数）：3.0%~99.5%；火试金重量法测定范围（质量分数）：2.0%~99.5%。

注：贵金属合金中不含其他贵金属元素（金、铂、钯、铑、铱、钇、钕、钽、钨）时，采用氯化钠电位滴定法和火试金重量法。

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

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 氯化钠电位滴定法

4.1 原理

试料用硝酸溶解。在硝酸介质中，用氯化钠标准滴定溶液进行电位滴定至终点，根据消耗的氯化钠标准滴定液体积来计算样品中银的含量。

4.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 的实验室二级用水。

4.2.1 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ），优级纯。

4.2.2 硝酸溶液（1+1）。

4.2.3 氯化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaCl})$ 约0.0001 mol/mL]按以下步骤进行配制和标定：

a) 配置：称取5.845 g氯化钠（优级纯），用水溶解，稀释至1000 mL，混匀。

b) 标定：

将银标准置于自动电位滴定仪上（设备推荐参数参见附录A），用氯化钠标准滴定溶液进行电位滴定至终点。从电位滴定曲线或 dE/dV 曲线确定终点。平行标定所消耗的氯化钠标准滴定溶液体积的极差不应超过0.050 mL，取其平均值。

按公式（1）计算氯化钠标准滴定溶液的实际浓度：

$$c_0 = \frac{m_0}{107.87 \times V_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

c_0 ——氯化钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每毫升（mol/mL）；

m_0 ——称取银标准的质量，单位为克（g）；

107.87——银的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

V_0 ——标定时，滴定银标准溶液所消耗的氯化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）。

4.2.3 银标准溶液：称取0.20 g金属银（ $w_{\text{Ag}} \geq 99.99\%$ ），精确至0.00001 g，置于100 mL烧杯中，加1.5 mL硝酸（4.2.2），盖上表面皿，加热至完全溶解，赶尽氮氧化物，取下，冷却至室温。用水冲洗表面皿及烧杯壁。

4.3 仪器设备

4.3.1 天平：感量0.01 mg。

4.3.2 滴定装置：自动电位滴定仪。推荐仪器工作参数参见附录 A。

4.3.3 银复合电极。

4.4 样品

样品加工成碎屑，碎屑的厚度不大于 0.2 mm，长度、宽度不大于 2 mm。用冰醋酸浸泡 10 min 后，再用无水乙醇洗净、晾干，混匀。

4.5 试验步骤

4.5.1 试料

按表1称取试料，精确至0.00001 g。

表1 试料量

银的质量分数/%	试料/g
3.0~20.0	0.60
>20.0~50.0	0.25
>50.0~60.0	0.18
>60.0~80.0	0.14
>80.0~99.5	0.10

4.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

4.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料（4.5.1）置于100 mL烧杯中，加入2 mL硝酸（4.2.1），盖上表面皿，低温加热至试料完全溶解。用水冲洗表面皿及烧杯壁，加水至约40 mL。

4.5.4.2 将试液（4.5.4.1）置于自动电位滴定仪（4.3.2）上，用氯化钠标准滴定溶液（4.2.2）进行电位滴定至终点。从电位滴定曲线或dE/dV曲线确定终点。

4.6 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:

$$w_{\text{Ag}} = \frac{c_0 \cdot (V_2 - V_1) \times 107.87}{m_1} \times 100\% \dots \dots \dots (2)$$

式中:

c_0 ——氯化钠标准滴定溶液的实际浓度, 单位为摩尔每毫升 (mol/mL);

V_2 ——滴定试液所消耗的氯化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

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

107.87——银的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol);

m_1 ——试料的质量, 单位为克 (g)。

试验结果的数值按GB/T 8170的规定进行修约, 计算结果表示到小数点后两位。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

精密度数据是 2024 年由 12 家实验室对银含量的 3 个不同的水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的银含量在重复条件下独立测定 7 次。精密度数据统计见附录 B。在重复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或外延法求得:

表 2 重复性限

银的质量分数/%	3.56	63.02	99.30
r /%	0.07	0.32	0.42

4.7.2 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限 (R), 超过再现性限 (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求得。

表 3 再现性限

银的质量分数/%	3.56	63.02	99.30
R /%	0.08	0.31	0.38

5 方法二 碘化钾电位滴定法

5.1 原理

试料用硝酸、盐酸溶解。氯化银用氨水溶解, 生成银氨络合物, 在氨性介质中, 用银电极作为指示电极, 饱和甘汞电极为参比电极, 用碘化钾标准滴定溶液滴定银, 电位法指示终点。

5.2 试剂或材料

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 的实验室二级用水。

5.2.1 盐酸 ($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)。

5.2.2 硝酸 ($\rho=1.42 \text{ g/mL}$), 优级纯。

5.2.3 氨水 ($\rho=0.91 \text{ g/mL}$)。

5.2.4 硝酸溶液（1+1）。

5.2.5 碘化钾标准滴定溶液 $[c(\text{KI})\text{约}0.00002\text{ mol/mL}]$ 以下步骤进行配制和标定。

a) 配置：称取3.32 g碘化钾，用水溶解，稀释至1000 mL，混匀。

b) 标定：移取20.00 mL银标准溶液三份，分别置于150 mL烧杯中，于电炉上低温蒸至近干。用水冲洗烧杯壁，加4 mL氨水，20 mL水。用银电极为指示电极，饱和甘汞电极为参比电极，用碘化钾标准滴定溶液滴定至电位突跃最大即为终点。平行标定所消耗的碘化钾标准滴定溶液体积的极差不应超过0.050 mL，取其平均值。

按公式（3）计算碘化钾标准滴定溶液的实际浓度：

$$c_2 = \frac{c_1 \cdot V_3 \times 10^{-3}}{V_4 \times 107.87} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

式中：

c_2 ——碘化钾标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每毫升（mol/mL）；

c_1 ——银标准溶液的质量浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V_3 ——移取银标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_4 ——标定时，滴定银标准溶液所消耗的碘化钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

107.87——银的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

5.2.5 银标准溶液：

称取2.0 g金属银（ $w_{\text{Ag}} \geq 99.99\%$ ），精确至0.00001 g，置于250 mL烧杯中，加40 mL硝酸（5.2.4），盖上表面皿，加热至完全溶解，赶尽氮氧化物，取下，冷却至室温。用水冲洗表面皿及烧杯壁，将溶液转入1000 mL棕色容量瓶中，以水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含2 mg银，避光保存。

5.3 仪器设备

5.3.1 天平：感量0.01 mg。

5.3.2 电位计：精确度1 mV。

5.3.3 指示电极：银电极。

5.3.4 参比电极：饱和甘汞电极。

5.4 样品

样品加工成碎屑，碎屑的厚度不大于0.2 mm，长度、宽度不大于2 mm。用冰醋酸浸泡10 min后，再用无水乙醇洗净、晾干，混匀。

5.5 试验步骤

5.5.1 试料

按表4称取试料，精确至0.00001 g。

表4 试料量

银的质量分数/%	试料/g
3.0~15.0	0.30
>15.0~30.0	0.14
>30.0~50.0	0.12
>50.0~99.5	0.10

5.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

5.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.5.4 测定

5.5.4.1 试料的分解

将试料（5.5.1）置于150 mL烧杯中，加入5 mL硝酸（5.2.2），盖上表面皿，低温加热溶解5 min，加入15 mL盐酸（5.2.1），于电炉上低温加热至试料完全溶解，蒸发至潮湿状，冷却。用水冲洗表面皿及杯壁，盖上表面皿，于电炉上低温蒸发至约0.5 mL，冷却，用水冲洗表面皿及烧杯壁。

5.5.4.2 残渣的处理

于残渣（5.5.4.1）中加入40 mL水，煮沸至清亮，取下，避光冷却至室温。将上层清液倾滤到中速滤纸上，用水冲洗烧杯壁、沉淀及滤纸各三次，滤液弃去。按表5加入氨水（5.2.3）将滤纸上的沉淀溶入原烧杯中，摇动烧杯，待沉淀溶解完后，再用水冲洗滤纸三次。沿杯壁加20 mL水。

表5 氨水加入体积

银的质量/mg	氨水体积/mL
3.0~10.0	2.00
>10.0~40.0	4.00
>40.0~99.5	6.00

5.5.5 滴定

于试液（5.5.4.2）中插入银指示电极，饱和甘汞参比电极，开动电磁搅拌器，用碘化钾标准滴定溶液（5.2.5）滴定至电位突跃最大即为终点。

5.6 试验数据的处理

银含量以银的质量分数（ w_{Ag} ）计，按公式（4）计算：

$$w_{\text{Ag}} = \frac{c_2 \cdot (V_6 - V_5) \times 107.87}{m_2} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

c_2 ——碘化钾标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每毫升（mol/mL）；

V_6 ——滴定试液所消耗的碘化钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_5 ——滴定空白所消耗的碘化钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

107.87——银的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m_2 ——试料的质量，单位为克（g）。

试验结果的数值按GB/T 8170的规定进行修约，计算结果表示到小数点后两位。

5.7 精密度

5.7.1 重复性

精密度数据是2024年由10家实验室对银含量的3个不同的水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的银含量在重复条件下独立测定7次。精密度数据统计见附录B。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表6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6数据采用线性内插法或外延法求得：

表 6 重复性限

银的质量分数/%	3.54	29.80	99.26
$r/\%$	0.07	0.13	0.53

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绝对差值不大于再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）的情况不超过 5%，再现性限（ R ）按表 7 数据采用线性内插法求得。

表 7 再现性限

银的质量分数/%	3.54	29.80	99.26
$R/\%$	0.12	0.20	0.52

6 方法三 火试金重量法

6.1 方法原理

试料含锡、铜、镍含量大于 20%的，试料经配料、熔炼以铅捕集得到含有贵金属银的铅扣，在 930℃熔融状态下进行灰吹使铅与银分离，经清洗、干燥后称得银粒质量，并用随同测定的标样校正后计算银的质量分数。

试料含锡、铜、镍含量不大于 20%的，包于铅箔中，在 930℃熔融状态下进行灰吹使铅与银分离，经清洗、干燥后称得银粒质量，并用随同测定的标样校正后计算银的质量分数。

6.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 6.2.1 碳酸钠：工业纯，粉状。
- 6.2.2 氧化铅：工业纯，粉状。
- 6.2.3 无水硼砂：工业纯，粉状。
- 6.2.4 二氧化硅：工业纯，粉状。
- 6.2.5 淀粉，粉状。
- 6.2.6 冰醋酸（ $\rho=1.05\text{ g/mL}$ ）。
- 6.2.7 纯银（ $w_{\text{Ag}}\geq 99.99\%$ ）。
- 6.2.8 铅粒（ $w_{\text{Pb}}\geq 99.99\%$ ）。
- 6.2.9 铅箔（ $w_{\text{Pb}}\geq 99.99\%$ ）。厚度为 0.1 mm，剪成正方形，每张重约 5 g。
- 6.2.10 覆盖剂（6+2+1）：8 份碳酸钠与 6 份硼砂与 1 份二氧化硅混合。
- 6.2.11 混合剂（10+1）：10 份氧化铅与 1 份面粉混合。
- 6.2.12 冰醋酸溶液（1+1）。

6.3 仪器和器具

- 6.3.1 天平：感量 0.01 mg。
- 6.3.2 箱式高温炉。
- 6.3.3 碾片机：可碾厚度 0.1 mm。
- 6.3.4 瓷坩锅：30 mL。
- 6.3.5 灰皿：骨灰皿（外径 40 mm，内径 30 mm，高 33 mm，凹面深度 17 mm）。
- 6.3.6 不锈钢长柄钳子。

6.4 样品

样品加工成碎屑，碎屑的厚度不大于 0.2 mm，长度、宽度不大于 2 mm。用冰醋酸浸泡 10 min 后，再用无水乙醇洗净、晾干，混匀。

6.5 试验步骤

6.5.1 试料

按表 8 称取试料，精确至 0.00001 g。

表 8 试料量

银的质量分数/%	试料/g
>2.0~5.0	1.00
>5.0~10.0	0.50
>10.0~50.0	0.40
>50.0~99.5	0.30

6.5.2 平行试验

平行做两份试验。

6.5.3 标准银试验

随同试料做两份标准银试验

6.5.4 熔炼与灰吹

6.5.4.1 锡+铜+镍含量大于 20%的试料（6.5.1）放入瓷坩埚（6.3.4）中，加入 20 g 混合剂（6.2.11）、15 g 铅粒（6.2.8）搅拌均匀，表面盖上约 5 g 覆盖剂（6.2.10）。置于 900℃高温炉内，关闭炉门 10 min 内升至 930℃保持 20 min。取出冷却后，去掉熔渣使铅扣与熔渣分离，将铅扣捶成立方体。

6.5.4.2 锡+铜+镍含量不大于 20%的试料（6.5.1），加入 15 g 铅粒（6.2.8），用铝箔（6.2.9）包裹成球形或直接用 15 g 铝箔（6.2.9）包裹成球形。

6.5.4.3 将灰皿（6.3.5）在 950℃左右预热 20 min 后，将试料（6.5.4.1）、（6.5.4.2）和标准银试料交叉放入灰皿中，待试料熔铅脱膜全部熔化后，半开炉门通风，在 910℃±10℃进行灰吹。待出现光辉点灰吹结束，把灰皿移至炉门口，放置 1 min，取出冷却。

6.5.5 称重

用镊子将银粒取出，用手锤轻敲银粒两侧去除底部附着物，置于 30 mL 瓷坩埚（6.3.4）中，加入 20 mL 冰醋酸溶液（6.2.11），置于低温电热板上，保持近沸 3 min，取下冷却，倾出溶液，用热水洗涤三次，放在电炉上烘干。冷却后在天平（6.3.1）上称出银粒质量。

6.6 实验数据处理

银含量以银的质量分数（ w_{Ag} ）计，按下列步骤计算：

6.6.1 计算标准银灰吹损失量：

$$F = m_5 - m_6 \cdot E \dots\dots\dots (3)$$

式中：

F——纯银损失量，单位为克（g）；

m_5 ——测得纯银质量，单位为克（g）；

m_6 ——称取纯银的质量，单位为克（g）；

E ——纯银的质量分数，数值以%表示。

当银标样灰吹损失量不大于 0.00010 g 时，计算两份银标样灰吹损失量；否则应重新进行测定。

6.6.2 银含量以银的质量分数 (w_{Ag}) 计，按公式 (6) 计算：

$$w_{Ag} = \frac{m_7 - \bar{F}}{m_8} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

m_7 ——测得试料银质量，单位为克 (g)；

\bar{F} ——纯银损失量平均值，单位为克 (g)；

m_8 ——称取试料质量，单位为克 (g)。

试验结果的数值按GB/T 8170的规定进行修约，计算结果表示到小数点后两位。

6.7 精密度

6.7.1 重复性

精密度数据是 2024 年由 9 家实验室对银含量的 5 个不同的水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的银含量在重复条件下独立测定 7 次。精密度数据统计见附录 B。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 9 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 9 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 9 重复性限

银的质量分数/%	2.05	5.03	9.95	71.78	99.34
r /%	0.05	0.11	0.18	0.31	0.32

6.7.2 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限 (R)，超过再现性限 (R) 的情况不超过 5%，再现性限 (R) 按表 10 数据采用线性内插法求得。

表 10 再现性限

银的质量分数/%	2.05	5.03	9.95	71.78	99.34
R /%	0.06	0.11	0.19	0.33	0.38

7 试验报告

本章规定试验报告所包含的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
- 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)

电位滴定仪推荐工作参数

使用自动电位滴定仪测定银含量，推荐工作参数见表A.1。

表A.1 电位滴定仪推荐工作参数

仪器推荐参数					
电极 (mV)	速度(%)	dE (mV)	滴定剂添加模式	模式	阈值 (mV/mL)
DM141-SC	30	3	动态添加	平衡控制模式	500

附录B

(资料性)

精密度统计数据

表 B.1 给出了方法 1 氯化钠电位滴定法 (2024 年由 12 家实验室对银含量的 3 个不同水平样品, 在重复性条件下独立测定 7 次) 的精密度统计数据。

表 B.1 方法 1 精密度统计数据

元素	水平	离群	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准差(S_r)	再现性标准差(S_R)	重复性限(r) %	再现性限(R) %
Ag	1	0	12	84	3.56	0.000644	0.000816	0.07	0.08
	2	0	12	84	63.02	0.0121	0.0123	0.32	0.31
	3	0	12	84	99.30	0.0219	0.0191	0.41	0.39

表 B.2 给出了方法 2 碘化钾电位滴定法 (2024 年由 10 家实验室对银含量的 3 个不同水平样品, 在重复性条件下独立测定 7 次) 的精密度统计数据。

表 B.2 方法 2 精密度统计数据

元素	水平	离群	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准差(S_r)	再现性标准差(S_R)	重复性限(r) %	再现性限(R) %
Ag	1	0	10	70	3.54	0.000705	0.00172	0.07	0.12
	2	0	10	70	29.80	0.00221	0.00487	0.13	0.20
	3	0	10	70	99.26	0.03627	0.03408	0.53	0.52

表 B.3 给出了方法 3 火试金重量法 (2024 年由 8 家实验室对银含量的 5 个不同水平样品, 在重复性条件下独立测定 7 次) 的精密度统计数据。

表 B.3 方法 3 精密度统计数据

元素	水平	离群	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准差(S_r)	再现性标准差(S_R)	重复性限(r) %	再现性限(R) %
Ag	1	0	9	63	2.05	0.000276	0.000403	0.05	0.06
	2	0	9	63	5.03	0.00156	0.00161	0.11	0.11
	3	0	9	63	9.95	0.00427	0.00466	0.18	0.19
	4	0	9	63	71.78	0.0122	0.0140	0.31	0.33
	5	0	9	63	99.34	0.0129	0.0184	0.32	0.38

附录C

(资料性)

验证试验数据

试验验证原始数据是在 2024 年由 12、10、8 家实验室对银含量的样品进行试验，每个水平的银含量在重复性条件下独立测定 7 次，结果见表 C.1、C.2、C.3。

表 C.1 方法一氯化钠电位滴定法试验验证原始数据

水平	实验室	Ag 的质量分数/ (%), n=7							平均值/%	RSD/%
		1	2	3	4	5	6	7		
1	1	3.57	3.52	3.59	3.52	3.51	3.54	3.59	3.55	0.97
	2	3.56	3.58	3.56	3.57	3.59	3.58	3.57	3.57	0.31
	3	3.54	3.59	3.59	3.55	3.55	3.55	3.57	3.56	0.63
	4	3.63	3.55	3.63	3.58	3.50	3.52	3.54	3.56	1.44
	5	3.55	3.56	3.56	3.58	3.57	3.58	3.56	3.57	0.32
	6	3.53	3.51	3.53	3.52	3.50	3.52	3.51	3.52	0.31
	7	3.52	3.51	3.58	3.53	3.56	3.58	3.55	3.55	0.79
	8	3.48	3.51	3.52	3.54	3.57	3.57	3.58	3.54	1.05
	9	3.55	3.53	3.53	3.57	3.57	3.58	3.55	3.55	0.56
	10	3.57	3.57	3.58	3.57	3.57	3.56	3.56	3.57	0.19
	11	3.56	3.58	3.59	3.57	3.56	3.59	3.55	3.57	0.44
	12	3.58	3.55	3.58	3.57	3.57	3.59	3.56	3.57	0.38
2	1	62.96	62.99	62.98	62.93	62.99	62.96	62.93	62.96	0.041
	2	62.98	62.99	63.02	63.01	62.99	63.02	63.03	63.01	0.030
	3	62.99	63.03	62.99	63.00	63.00	63.00	62.98	63.00	0.024
	4	63.04	63.10	63.05	63.11	63.12	62.95	63.00	63.05	0.099
	5	62.99	62.98	63.00	62.99	63.02	63.01	62.98	63.00	0.024
	6	62.98	63.01	63.03	63.01	62.98	63.03	63.02	63.01	0.034
	7	63.05	63.05	63.03	63.02	63.00	63.02	63.05	63.03	0.031
	8	62.96	62.94	62.95	63.14	62.63	62.47	63.66	62.96	0.605
	9	63.09	63.05	63.12	63.08	63.01	63.15	63.13	63.09	0.077
	10	63.02	63.00	63.02	63.01	63.00	63.02	62.99	63.01	0.019
	11	63.01	62.99	63.01	63.03	63.03	62.98	62.97	63.00	0.037
	12	63.01	63.01	63.00	63.01	63.02	62.99	62.99	63.00	0.018
3	1	99.34	99.33	99.30	99.35	99.30	99.32	99.33	99.32	0.019
	2	99.24	99.30	99.37	99.35	99.36	99.32	99.29	99.32	0.046
	3	99.30	99.27	99.32	99.33	99.28	99.36	99.29	99.31	0.030
	4	99.19	99.26	99.28	99.29	99.30	99.35	99.35	99.29	0.056
	5	99.30	99.25	99.34	99.37	99.26	99.28	99.35	99.31	0.047
	6	99.30	99.27	99.29	99.31	99.21	99.26	99.30	99.28	0.035
	7	99.35	99.32	99.28	99.26	99.26	99.24	99.33	99.29	0.042
	8	99.15	98.55	98.67	99.43	99.86	99.60	99.59	99.26	0.500
	9	99.28	99.27	99.28	99.34	99.38	99.35	99.32	99.32	0.042
	10	99.34	99.36	99.30	99.33	99.26	99.33	99.34	99.32	0.033

	11	99.32	99.33	99.27	99.30	99.27	99.28	99.28	99.29	0.024
	12	99.37	99.36	99.32	99.34	99.29	99.30	99.28	99.32	0.035

表C.2 方法二碘化钾电位滴定法试验验证原始数据

水平	实验室	Ag 的质量分数/（%），n=7							平均值/%	RSD/%
		1	2	3	4	5	6	7		
1	1	3.53	3.52	3.59	3.58	3.56	3.59	3.51	3.55	0.96
	2	3.57	3.56	3.58	3.55	3.56	3.57	3.58	3.57	0.31
	3	3.45	3.54	3.57	3.50	3.44	3.50	3.49	3.50	1.28
	4	3.46	3.48	3.52	3.58	3.42	3.49	3.50	3.49	1.43
	5	3.53	3.57	3.55	3.57	3.59	3.58	3.57	3.57	0.56
	6	3.50	3.50	3.50	3.50	3.50	3.50	3.50	3.50	0.07
	7	3.53	3.56	3.54	3.57	3.56	3.58	3.59	3.56	0.59
	8	3.57	3.58	3.55	3.55	3.56	3.56	3.56	3.56	0.30
	9	3.58	3.58	3.59	3.59	3.57	3.58	3.59	3.58	0.21
	10	3.56	3.55	3.58	3.53	3.57	3.58	3.56	3.56	0.50
2	1	29.85	29.70	29.70	29.80	29.76	29.76	29.83	29.77	0.20
	2	29.73	29.75	29.77	29.83	29.81	29.83	29.78	29.79	0.13
	3	29.86	29.72	29.74	29.80	29.91	29.90	29.76	29.81	0.26
	4	29.65	29.70	29.70	29.66	29.68	29.72	29.75	29.69	0.12
	5	29.73	29.85	29.78	29.81	29.80	29.82	29.77	29.79	0.13
	6	29.89	29.80	29.93	29.87	29.99	29.88	29.84	29.88	0.21
	7	29.76	29.80	29.83	29.75	29.82	29.87	29.82	29.81	0.14
	8	29.85	29.83	29.83	29.78	29.76	29.80	29.82	29.81	0.11
	9	29.86	29.88	29.90	29.88	29.93	29.88	29.86	29.88	0.082
	10	29.75	29.73	29.85	29.82	29.80	29.81	29.78	29.79	0.14
3	1	99.01	99.19	99.57	99.35	99.21	99.13	99.07	99.22	0.191
	2	99.61	99.07	99.11	98.98	99.17	99.03	99.21	99.17	0.212
	3	99.21	99.31	99.66	99.04	99.15	99.22	99.41	99.29	0.204
	4	99.13	99.02	99.24	99.58	99.35	99.09	99.21	99.23	0.189
	5	99.65	99.44	99.13	99.21	99.03	99.15	99.08	99.24	0.225
	6	99.31	99.01	99.59	99.06	99.11	99.36	99.49	99.28	0.224
	7	99.35	99.29	99.12	99.07	99.61	99.26	99.36	99.29	0.179
	8	99.28	99.54	99.01	99.48	99.35	99.53	99.33	99.36	0.186
	9	99.07	99.33	99.12	99.48	99.326	99.59	99.27	99.31	0.185
	10	99.09	99.11	99.20	99.01	99.62	99.24	99.35	99.23	0.206

表C.3 方法三火试金重量法试验验证原始数据

水平	实验室	Ag 的质量分数/（%），n=7							平均值/%	RSD/%
		1	2	3	4	5	6	7		

1	1	2.06	2.06	2.04	2.04	2.04	2.02	2.07	2.05	0.77
	2	2.05	2.05	2.06	2.06	2.04	2.04	2.06	2.05	0.37
	3	2.02	2.05	2.04	2.04	2.06	2.05	2.05	2.04	0.64
	4	2.10	2.01	2.01	2.00	2.05	2.02	2.03	2.04	0.22
	5	2.04	2.04	2.05	2.03	2.04	2.04	2.04	2.07	2.07
	6	2.06	2.05	2.04	2.05	2.06	2.06	2.07	2.06	0.50
	7	2.03	2.07	2.05	2.06	2.02	2.03	2.06	2.04	0.95
	8	2.07	2.06	2.08	2.07	2.07	2.10	2.06	2.07	0.60
	9	2.07	2.06	2.05	2.08	2.08	2.05	2.05	2.06	0.59
2	1	5.00	4.96	5.04	5.12	4.97	5.09	5.02	5.03	1.18
	2	5.01	5.02	5.00	5.00	5.03	5.06	5.00	5.02	0.43
	3	4.97	5.09	4.99	5.01	5.02	4.99	5.07	5.02	0.90
	4	5.10	5.10	5.00	5.06	5.01	5.05	5.03	5.05	0.80
	5	5.04	5.03	5.00	5.04	5.01	4.99	4.99	5.02	0.45
	6	5.05	4.99	5.03	5.01	5.06	5.02	5.02	5.03	0.43
	7	5.02	5.12	5.04	5.03	5.02	5.01	5.01	5.03	0.75
	8	5.04	5.03	4.95	4.99	5.12	5.00	5.02	5.02	1.01
	9	5.01	5.11	5.06	5.02	5.05	5.08	5.11	5.06	0.75
3	1	9.81	9.92	9.96	10.01	9.81	9.83	10.07	9.91	1.04
	2	9.94	9.98	9.90	9.97	9.98	10.01	10.01	9.97	0.39
	3	10.00	9.88	10.01	10.10	9.98	10.00	10.12	10.01	0.80
	4	9.98	9.85	10.02	9.92	9.90	9.95	9.92	9.94	0.55
	5	9.85	9.91	9.88	9.94	10.00	9.97	9.86	9.91	0.59
	6	9.97	10.01	9.95	9.97	9.95	9.99	9.97	9.97	0.21
	7	10.00	9.93	9.97	9.88	9.93	9.83	9.98	9.93	0.61
	8	9.99	9.93	9.91	10.02	9.86	10.02	9.95	9.95	0.60
	9	9.91	9.95	9.89	10.01	10.02	9.83	9.86	9.92	0.75
4	1	71.76	71.62	71.84	71.88	71.58	71.69	71.72	71.73	0.15
	2	71.67	71.90	71.75	71.90	72.02	72.00	72.03	71.89	0.19
	3	71.89	71.63	71.73	71.69	71.70	71.65	71.73	71.80	0.12
	4	71.73	71.87	71.86	71.87	71.81	71.66	71.77	71.77	0.12
	5	71.74	71.83	71.69	71.92	71.79	71.77	71.65	71.77	0.12
	6	71.79	71.90	71.77	71.76	71.87	71.93	71.94	71.85	0.11
	7	71.89	71.52	71.88	71.99	71.63	71.66	71.79	71.77	0.23
	8	71.85	71.62	71.74	71.81	71.67	71.70	71.90	71.76	0.14
	9	71.63	71.58	71.88	71.72	71.74	71.69	71.87	71.73	0.16
5	1	99.11	99.55	99.05	99.03	99.17	99.21	99.05	99.17	0.18
	2	99.39	99.40	99.47	99.52	99.57	99.50	99.40	99.46	0.071
	3	99.34	99.30	99.21	99.31	99.49	99.46	99.25	99.39	0.046
	4	99.45	99.34	99.37	99.38	99.32	99.43	99.41	99.32	0.13
	5	99.53	99.24	99.36	99.43	99.16	99.24	99.29	99.32	0.13
	6	99.24	99.28	99.32	99.52	99.56	99.27	99.64	99.40	0.17
	7	99.48	99.36	99.16	99.38	99.27	99.31	99.40	99.34	0.10

	8	99.21	99.35	99.43	99.30	99.27	99.37	99.47	99.34	0.091
	9	99.17	99.34	99.24	99.29	99.24	99.20	99.30	99.25	0.060
