

ICS 77.120.99

CCS H15

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXX.1—202X

银钨合金化学分析方法

第1部分：银含量的测定

电位滴定法

Methods for chemical analysis of silver-tungsten alloy  
Part 1: Determination of silver content -  
Potentiometric titration

(报批稿)

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

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

## 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。

本文件为YS/T ××××《银钨合金化学分析方法》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 电位滴定法；
- 第2部分：钨含量的测定 辛可宁重量法；
- 第3部分：钴、铬、铜、镁、铁、钾、钠、锡、镍、硅、锌含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第4部分：碳含量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法。

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、中铝材料应用研究院有限公司、江西省汉氏贵金属有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、贵研铂业股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、紫金矿业集团股份有限公司、有研亿金新材料有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、北矿检测技术有限公司。

本文件主要起草人：张晓、王倩、徐青、陈雄飞、张金娥、郁丰善、黄秋玲、钱彦林、卓毓瑞、苏玉龙、黄国勇、张永进、杨辉、林韶阳、陈小兰、黄富英、鲍叶琳、刘雷雷、刘含笑、刘宇、刘春华。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

## 引 言

银钨合金是一种以银、钨元素为主要组成成分的合金材料。钨银合金综合了金属钨熔点高（熔点 3410℃）、密度大（密度 19.34 g/m<sup>3</sup>）和金属银导电导热性能好的优点，具有微观硬度高、组织均匀、耐高温、耐电弧烧蚀、密度大等优良特性。目前，银钨合金已经被广泛应用于航空航天、电子、电力、冶金、机械、体育器材等领域，是制备高、低电压电源开关、电加工电极、微电子元件和耐高温元件的理想材料。研究表明，银钨合金的理化性能与其化学成分之间有着密切联系。因此，建立一套针对银钨合金化学成分的分析方法标准是十分必要的。

YS/T ××××《银钨合金化学分析方法》拟由四个部分组成。

- 第1 部分：银含量的测定 电位滴定法；
- 第2 部分：钨含量的测定 辛可宁重量法；
- 第3 部分：钴、铬、铜、镁、铁、钾、钠、锡、镍、硅、锌含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第4 部分：碳含量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法。

本文件的制定为行业内形成对银钨合金中银元素含量的科学、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、减少供应商和客户之间因检测误差造成的商业纠纷、助力银钨合金产业化发展具有十分重要的作用。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

# 银钨合金化学分析方法

## 第1部分：银含量的测定

### 电位滴定法

#### 1 范围

本文件规定了银钨合金中银含量的测定方法。

本文件适用于银钨合金中银含量的测定。测定范围：质量分数20.00%~80.00%。

#### 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，凡是注日期的引用文件，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 原理

试料以硫酸-硫酸铵溶解，在酸性介质中，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来计算样品中银的含量。

#### 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和符合GB/T 6682规定的二级水。

5.1 纯银 ( $w_{\text{Ag}} \geq 99.99\%$ )。

5.2 氯化钠。

5.3 硫酸铵。

5.4 硫酸 ( $\rho = 1.84 \text{ g/ml}$ )。

5.5 氯化钠标准滴定溶液 ( $c \approx 0.05 \text{ mol/L}$ ):

5.5.1 配制：称取5.8 g氯化钠(5.2)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(5.1)于250 mL烧杯中，按8.3.1进行，于电位滴定仪上用氯化钠标准滴定溶液(5.5.1)滴定至电位滴定仪电位突跃点，记录氯化钠滴定溶液消耗体积 $V$ 。

按式(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)。

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

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。

平行标定四份，四份标定结果极差值应不大于0.01 mg/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、与仪器匹配的银电极。

## 7 样品

将样品加工成厚度不大于1 mm的屑状或粒状（加工过程中除去表皮并防止污染，必要时用丙酮清洗），或研磨成粒度不大于0.15 mm的粉末。

## 8 试验步骤

### 8.1 试料

按表1称取样品(7)，精确至0.0001 g。

### 8.2 平行试验

平行做两份试验。

### 8.3 测定

8.3.1 将试料（8.1）置于 250 mL 干燥烧杯中，按表 1 加入硫酸铵（5.3），8 mL 硫酸（5.4），盖上表面皿，加热至浓白烟在烧杯内回流，样品溶解完全后，继续回流直至溶液澄清透明，取下、稍冷，趁温热用少量水吹洗表面皿和杯壁，并缓慢加水至 150 mL。

8.3.2 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，记录氯化钠滴定溶液消耗体积。

表 1 试料量和硫酸铵加入量

银的质量分数 %	试料量 g	硫酸铵加入量 g
20.00~30.00	0.40	5
>30.00~80.00	0.20	3

## 9 试验数据处理

银的含量以元素的质量分数  $w_{Ag}$  计，按式（2）计算：



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

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);

$m_1$ ——称取试料的质量,单位为克(g);

$V_1$ ——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)。

所得结果保留至小数点后两位,数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

## 10 精密度

### 10.1 重复性

精密度实验原始数据参见附录 A。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( $r$ )按照表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 重复性限

$w_{\text{Ag}} / \%$	18.91	37.36	51.56	80.51
$r / \%$	0.25	0.31	0.34	0.40

### 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 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 再现性限

$w_{\text{Ag}} / \%$	18.91	37.36	51.56	80.51
$R / \%$	0.36	0.45	0.55	0.68

## 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;
- 使用的文件(包括发布或出版年号);
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 测定中观察的异常现象;
- 试验日期。

附录 A

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度数据是在 2021 年由 11 家实验室对银含量的 4 个不同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性条件下独立测定 5 次~11 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	样品水平	测定次数 (质量分数/%)										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1#	18.83	18.85	18.86	18.87	18.92	18.93	18.95	18.95	19.01	19.02	19.05
	2#	37.73	37.64	37.66	37.71	37.68	37.57	37.59	37.64	37.60	37.59	37.67
	3#	51.54	51.43	51.51	51.57	51.63	51.46	51.59	51.46	51.54	51.38	51.44
	4#	80.38	80.52	80.54	80.55	80.56	80.56	80.62	80.62	80.74	80.76	80.78
2	1#	18.95	18.98	18.89	19.10	18.79	18.85	18.91	18.99	19.04	—	—
	2#	36.57	36.76	36.44	36.71	36.73	36.68	36.67	36.78	36.54	—	—
	3#	51.97	51.65	51.74	51.64	51.68	51.79	51.55	—	—	—	—
	4#	81.09	81.04	80.95	80.88	81.01	80.94	80.92	81.15	80.96	—	—
3	1#	19.12	18.89	19.04	19.02	18.87	18.91	18.89	18.96	18.92	18.99	18.93
	2#	37.82	37.91	37.99	37.94	38.01	37.89	38.10	38.21	37.88	37.94	37.79
	3#	51.59	51.52	51.58	51.51	51.34	51.27	51.68	51.37	51.47	51.49	51.41
	4#	80.13	80.11	80.11	80.22	80.18	80.11	80.19	80.07	80.21	80.28	80.21
4	1#	19.00	19.34	19.08	19.07	19.10	19.05	19.01	19.15	19.08	—	—
	2#	37.68	37.65	37.63	38.03	37.77	37.39	37.49	37.85	37.80	—	—
	3#	51.50	51.58	51.55	51.48	51.39	51.29	51.39	51.53	51.39	—	—
	4#	80.52	80.33	80.58	80.61	80.58	80.61	80.44	80.67	80.69	—	—
5	1#	18.91	18.86	18.78	18.88	18.91	18.73	18.94	18.80	18.69	—	—
	2#	37.67	37.68	37.69	37.66	37.51	37.72	37.73	37.69	37.79	—	—
	3#	51.05	51.40	51.49	51.24	51.33	51.22	51.37	51.29	51.44	—	—
	4#	80.47	80.48	80.63	80.51	80.49	80.49	80.57	80.44	80.58	—	—
6	1#	18.41	18.78	18.88	18.99	18.64	18.51	18.31	18.54	18.28	—	—
	2#	37.48	37.44	37.71	37.44	37.60	37.61	37.85	37.76	37.17	37.61	36.80
	3#	53.85	53.70	53.65	54.03	53.63	54.25	53.92	54.21	53.66	54.25	53.29
	4#	81.77	81.83	81.56	81.13	81.20	80.58	81.54	81.84	82.12	81.55	81.27
7	1#	18.48	18.51	18.62	18.79	18.55	18.50	18.71	18.66	18.86	—	—
	2#	36.24	36.37	36.16	36.34	36.29	36.30	36.35	36.31	36.01	—	—
	3#	51.35	51.50	51.41	51.86	51.50	51.72	51.54	51.49	51.28	—	—
	4#	80.85	80.97	80.96	80.81	81.06	80.90	81.01	80.85	80.74	—	—

表A.1 精密度试验原始数据（续）

实验室	样品水平	测定次数（质量分数/%）										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
8	1#	19.03	19.22	19.18	18.98	18.97	18.94	18.91	18.90	19.09	19.16	19.10
	2#	38.13	37.96	37.93	37.90	37.97	37.92	37.98	37.92	37.92	37.97	37.93
	3#	51.43	51.38	51.38	51.42	51.31	51.44	51.49	51.36	51.44	51.38	51.41
	4#	80.21	80.19	80.13	80.17	80.15	80.05	80.28	80.22	80.15	80.19	80.18
9	1#	18.95	19.12	19.02	18.92	19.14	19.04	18.88	18.97	18.97	18.89	19.01
	2#	37.45	37.30	37.29	37.31	37.32	37.37	37.33	37.36	37.33	37.32	37.32
	3#	52.06	51.82	52.03	51.93	51.91	51.89	51.87	51.85	51.84	51.82	51.80
	4#	80.14	80.13	80.14	80.06	80.12	80.12	80.09	80.09	80.08	80.07	80.07
10	1#	18.55	18.62	18.32	36.81	36.62	36.70	36.72	—	—	—	—
	2#	36.81	36.62	36.70	51.20	51.49	51.17	51.40	—	—	—	—
	3#	51.20	51.49	51.17	80.72	80.82	80.97	80.76	—	—	—	—
	4#	80.72	80.82	80.97	80.76	81.06	81.11	81.09	—	—	—	—
11	1#	19.03	18.93	19.10	19.06	18.90	—	—	—	—	—	—
	2#	36.93	37.18	36.67	37.01	36.85	—	—	—	—	—	—
	3#	52.39	52.42	52.23	52.25	52.50	—	—	—	—	—	—
	4#	80.07	80.67	80.29	80.00	80.70	—	—	—	—	—	—