

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.2—202X

银镍石墨化学分析方法
第2部分：镍含量的测定
丁二酮肟沉淀分离-EDTA络合滴定法

Methods for chemical analysis of silver nickel graphite—

Part 2: Determination of nickel content—

Dimethylglyoxime precipitate separation-EDTA complex titration method

(讨论稿)

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。

本文件为 YS/T XXXX《银镍石墨化学分析方法》的第2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：镍含量的测定 丁二酮肟沉淀分离-EDTA 络合滴定法；

——第3部分：总碳含量的测定 气体容量法

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

本文件主要起草人：。

银镍石墨化学分析方法

第2部分 镍含量的测定

丁二酮肟沉淀分离-EDTA 络合滴定法

1 范围

本文件规定了银镍石墨中镍含量的测定方法。

本文件适用于银镍石墨中镍含量的测定。测定范围：质量分数5%~35%。

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

试料经硝酸分解，加入柠檬酸钠，在pH 7~9条件下，加入丁二酮肟沉淀镍，过滤。沉淀经硝酸分解后，在pH6条件下定量加入过量的Na₂EDTA标准溶液络合镍，以二甲酚橙为指示剂，用锌标准溶液返滴过量的Na₂EDTA标准溶液，根据返滴所用锌标准溶液体积计算得到样品中镍的含量。

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 硝酸 (ρ 1.42 g/mL)。

5.2 氨水 (ρ 0.89 g/mL)。

5.3 氨水 (1+1)。

5.4 柠檬酸钠溶液 (300 g/L)。

5.5 丁二酮肟乙醇溶液 (10 g/L)。

5.6 六次甲基四胺饱和溶液。

5.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：称取200g无水乙酸钠 (CH₃COONa) 溶于800 mL水中，加入12.4 mL冰乙酸，定容至1000mL。

5.8 锌标准溶液 (0.0100 mol/L)：准确称取0.6538 g (精确至0.0001 g) 金属锌[w(Zn)≥99.99%]，置于400 mL烧杯中，加入5 mL硝酸(5.1)加热溶解，加约200 mL水，冷却，滴加氨水(5.3)至刚果红试纸由蓝刚变为紫红色，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.9 乙二胺四乙酸二钠 (C₁₀H₁₄N₂O₈Na₂·2H₂O, EDTA) 标准溶液[c(EDTA)约0.02 mol/L]。

5.9.1 配制：称取7.4450 g EDTA，置于400 mL烧杯中，热水溶解。冷却后移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.9.2 标定：移取10.00 mL EDTA标准溶液(5.9.1)于500 mL锥形瓶中，加入约100 mL水，20 mL缓冲溶液(5.7)，4滴二甲酚橙指示剂，用锌标准溶液(5.8)滴定至溶液由黄色变为紫红色为终点。取3份EDTA溶液标定，标定所消耗的锌标准溶液体积的极差不超过0.10 mL，取其平均值。

5.9.3 计算：按公式(1)计算EDTA标准溶液的浓度：

$$c = \frac{c_1 \times V_1}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c——EDTA标准溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

c₁——锌标准溶液浓度，单位为摩尔每升(mol/L)

V₁——滴定所消耗锌标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V——加入EDTA标准溶液的体积，单位为毫升(mL)。

5.10 刚果红试纸。

5.11 二甲酚橙溶液(2 g/L)。

5.12 乙醇洗液(98+2)。

6 样品

样品制成不大于1 mm的屑状或粉状。

7 分析步骤

7.1 试料

按表1称取样品(6)，精确至0.0001 g。

表1 称样量

镍质量分数 %	试料量 g
5~10	0.20
>10~35	0.10

7.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料(7.1)做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 将试料 (7.1) 置于 200 mL 烧杯中, 用少量水湿润试料, 加入 5 mL 硝酸 (5.1), 盖上表面皿, 加热至试料溶解完全。取下稍冷, 用快速滤纸过滤, 以水洗涤烧杯 5 次, 洗涤沉淀 7~8 次, 滤液接于 400 mL 烧杯中, 补加水至体积为 150 mL。

7.4.2 加入 10 mL 柠檬酸钠溶液 (5.4), 加入 10 mL 氨水 (5.2), 加热至 60°C~70°C, 搅拌下加入 30 mL 丁二酮肟溶液 (5.5)。保温静置 1h 后, 稍冷。用中速滤纸过滤, 用乙醇洗液 (5.12) 洗涤烧杯 3 次, 洗涤沉淀 7~8 次。

7.4.3 将沉淀及滤纸一起移入原烧杯中, 加 40 mL 硝酸 (5.1), 盖上表面皿低温加热至滤纸完全硝化, 溶液清亮, 蒸至溶液体积为 2 mL, 取下冷却后用水吹洗表面皿及杯壁。

7.4.4 按表 2 加入 EDTA 标准溶液 (5.9), 放入一小片刚果红试纸 (5.10), 用六次甲基四胺饱和溶液 (5.6) 调节至试纸刚变紫红色。加入 20 mL 缓冲溶液 (5.7), 滴加 4 滴二甲酚橙溶液 (5.11), 用锌标准溶液 (5.8) 滴定至溶液由黄绿色变为紫红色为终点, 记录锌标准溶液体积。

表 2 EDTA 加入量

镍质量分数 %	EDTA 加入量 mL
5~20	25.00
>20~35	35.00

8 试验数据处理

镍含量以镍的质量分数 w_{Ag} 计, 按公式 (2) 计算:

$$w_{Ni} = \frac{(c \times V_2 - c_1 \times V_3) \times 10^{-3} \times 58.70}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——EDTA 标准溶液浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

c_1 ——锌标准溶液浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

V_2 ——加入 EDTA 标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_3 ——滴定所消耗锌标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

m ——试料质量, 单位为克 (g)。

58.70——镍的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol)

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。

9 精密度

9.1 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 3 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 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 重复性限

$w_{Ni} / \%$				
$r / \%$				

9.2 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 4 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 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表4 再现性限

$w_{Ni} / \%$				
$R / \%$				

10 试验报告：

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 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。