

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络合返滴定法

Methods for chemical analysis of silver nickel graphite—

Part 2: Determination of nickel content—

Dimethylglyoxime precipitate separation-EDTA complex back titration

(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 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：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、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司凡口铅锌矿、广东省科学院工业分析检测中心、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、梦金园珠宝首饰有限公司、北矿检测技术有限公司、紫金铜业有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、甘肃酒钢集团宏兴钢铁股份有限公司不锈钢分公司。

本文件主要起草人：栗生辰、赵霞、田佳、孙海峰、陈雄飞。。。

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：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镍含量的科学、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2部分：镍含量的测定

丁二酮肟沉淀分离-EDTA络合返滴定法

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：5.00%~35.00%。

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，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

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433 界定的术语和定义适用于本文件。

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。沉淀经硝酸溶解后，在pH 6条件下定量加入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镍的质量分数。

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。

5.1 水，GB/T 6682，三级水。

5.2 氨水（ ρ 0.89 g/mL）。

5.3 氨水（1+1）。

5.4 硝酸（1+1）。

5.5 柠檬酸钠溶液（300 g/L）。

5.6 丁二酮肟乙醇溶液（10 g/L）。

5.7 乙酸-乙酸钠溶液：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，pH值为6。

5.8 锌标准溶液（0.01000 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10 mL硝酸（5.4）加热溶解，加约200 mL水，冷却，加入2滴对硝基酚溶液（5.10），

用氨水（5.3）中和至黄色，再用硝酸（5.4）调节至黄色消失，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（ $C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$ ，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乙酸-乙酸钠溶液（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）；

c_1 ——锌标准溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）

V ——加入 EDTA 标准溶液的体积，单位为毫升（mL）。

V_1 ——滴定所消耗锌标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

5.10 对硝基酚溶液（2 g/L）。

5.11 二甲酚橙溶液（2 g/L）。

5.12 乙醇洗液（2+98）。

6 样品

样品应制成碎屑或粉末。

7 试验步骤

7.1 试料

按表1称取样品（6），精确至0.0001 g。

表1 称样量

镍的质量分数 %	试料量 g
5.00~10.00	0.20
> 10.00~35.00	0.10

7.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

7.3 测定

7.3.1 将试料（7.1）置于 400 mL 烧杯中，加少量水湿润，加入 10 mL 硝酸（5.4），盖上表面皿，加热至试料完全溶解。取下，稍冷，用水吹洗表面皿和杯壁，加水至体积为 150 mL。

7.3.2 加入 10 mL 柠檬酸钠溶液（5.5），加热至 60℃~70℃，边搅拌边加入 10 mL 氨水（5.2）、30 mL 丁二酮肟溶液（5.6）。在 80℃水浴中保温 1 h。用中速定量滤纸过滤沉淀，以乙醇洗液（5.12）洗涤烧杯 3 次，洗涤沉淀 7~8 次。

7.3.3 将滤纸展开，用热硝酸（5.4）将沉淀冲洗至原烧杯中，冲洗滤纸 7~8 次，加热使沉淀溶解，蒸至溶液体积为 2~3 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），2 滴对硝基酚溶液（5.10），用氨水（5.3）调节至出现黄色，再用硝酸（5.4）调节至黄色消失。加入 20 mL 乙酸-乙酸钠溶液（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

镍的质量分数 %	EDTA 加入量 mL
5.00~20.00	25.00
>20.00~35.00	35.00

8 试验数据处理

镍含量以镍的质量分数 w_{Ni} 计，按公式（2）计算：

$$w_{Ni} = \frac{(c \times V_2 - c_1 \times V_3) \times 10^{-3} \times 58.69}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c ——EDTA 标准溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_2 ——加入 EDTA 标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c_1 ——锌标准溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_3 ——滴定所消耗锌标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

58.69——镍的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m ——试料的质量，单位为克（g）。

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。精密度试验原始数据参见附录 A。

表3 重复性限

$w_{Ni} / \%$	5.72	12.58	30.06
$r / \%$	0.12	0.20	0.29

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。精密度试验原始数据参见附录 A。

表4 再现性限

$w_{Ni} / \%$	5.72	12.58	30.06
$R / \%$	0.16	0.27	0.36

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。

附录A
(资料性)
精密度试验原始数据

精密度数据是由9家实验室对镍含量的3个不同样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的镍含量在重复性条件下独立测定7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	水平数	测定次数 n						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1#	5.68	5.71	5.74	5.71	5.72	5.75	5.73
	2#	12.55	12.48	12.63	12.43	12.61	12.44	12.47
	3#	29.90	29.81	29.98	30.05	29.90	29.95	29.69
2	1#	5.77	5.68	5.71	5.68	5.79	5.67	5.77
	2#	12.74	12.75	12.73	12.68	12.52	12.55	12.60
	3#	30.02	30.13	30.15	30.17	30.03	30.01	30.04
3	1#	5.66	5.65	5.77	5.70	5.76	5.71	5.67
	2#	12.46	12.47	12.53	12.58	12.55	12.62	12.61
	3#	30.01	30.04	30.00	30.07	30.11	30.20	30.17
4	1#	5.76	5.70	5.77	5.81	5.80	5.74	5.83
	2#	12.64	12.63	12.67	12.72	12.68	12.70	12.52
	3#	30.17	30.35	30.21	30.29	30.05	30.11	30.24
5	1#	5.77	5.74	5.78	5.74	5.72	5.74	5.66
	2#	12.53	12.59	12.59	12.50	12.56	12.51	12.48
	3#	30.02	30.05	29.98	30.07	29.88	30.03	29.96
6	1#	5.74	5.71	5.73	5.69	5.70	5.69	5.72
	2#	12.45	12.61	12.44	12.48	12.52	12.56	12.64
	3#	29.98	30.06	29.95	30.10	30.08	30.12	30.14
7	1#	5.62	5.51	5.63	5.64	5.69	5.66	5.68
	2#	12.43	12.50	12.53	12.48	12.50	12.59	12.57
	3#	30.11	29.98	29.79	30.11	30.35	30.13	29.86
8	1#	5.78	5.86	5.76	5.80	5.84	5.77	5.73
	2#	12.67	12.74	12.77	12.83	12.77	12.70	12.51
	3#	29.89**	29.47**	30.03**	29.75**	29.75**	30.26**	29.86**
9	1#	5.69	5.73	5.68	5.75	5.71	5.75	5.73
	2#	12.62	12.61	12.57	12.53	12.56	12.58	12.62
	3#	30.19	30.09	29.97	30.15	30.18	30.09	29.92

注：**表示数据为统计离群值。