

文章编号: 1003-7837(2001)01-0075-04

测定铝镍合金中的铝和镍

邵永添, 麦丽碧

(广州有色金属研究院分析检测研究中心, 广东 广州 510651)

摘要: 采用连续滴定的方法, 在同一份试液中同时测定铝镍合金中的铝和镍。向试液中加入一定量的EDTA标准溶液, 使 Al^{3+} 、 Ni^{2+} 与EDTA络合。用 Zn^{2+} 盐滴定过量EDTA, 然后加氟盐置换出EDTA-Al中的EDTA, 用 Zn^{2+} 盐滴定即得Al量, 从总量中减去Al量即得Ni量。本法测定快速, 手续简单, 结果准确, 铝和镍的回收率分别在97%和98%以上。

关键词: Ni; Al; EDTA; 滴定

中图分类号: O655.2 **文献标识码:** A

铝镍合金中铝和镍的测定一般在不同试液分别测定。镍的测定先用丁二肟沉淀分离, 然后用质量法或容量法测定^[1], 这既麻烦又费时。也有用焦磷酸盐或酒石酸掩蔽 Fe^{3+} 和 Al^{3+} , 用硫代硫酸钠掩蔽 Cu^{2+} , 用过硫酸铵将 Co^{2+} 氧化为 Co^{3+} , 再用EDTA滴定。测定铝一般是先将铝分离然后用EDTA-氟盐置换法^[1]。本文采用连续滴定的方法, 在同一份试液中同时测定铝和镍。

1 试 验

1.1 试剂

二甲酚橙指示剂(5 g/L) 将0.5 g二甲酚橙用水湿润, 加4~5滴氨水, 摇动使其溶解, 加水至100 mL。

醋酸-醋酸钠缓冲液(pH 5.5~6) 将200 g结晶醋酸钠溶于水, 加入10 mL冰醋酸, 用水稀释至1 L, 摇匀。

CTMAB(或CPB)(5 g/L) 将0.5 g十六烷基三甲基溴化铵溶于10 mL无水乙醇中, 加水至100 mL。

铝标准溶液(Al 1 g/L) 称取0.5000 g纯铝($w_{\text{Al}}=99.9\%$), 置于250 mL烧杯中, 加入HCl (1+1) 20 mL, 在电炉上加热溶解, 冷却后移入500 mL容量瓶中, 用水定容。

镍标准溶液(Ni 1 g/L) 称取1.000 g纯镍($w_{\text{Ni}}=99.9\%$), 置于250 mL烧杯中, 加20 mL王水, 加热溶解, 冷却后移入1000 mL容量瓶中, 用水定容。

收稿日期: 2000-01-10

作者简介: 邵永添(1938-), 男, 浙江东阳人, 教授级高工。

锌标准溶液($\text{Zn } 0.01853 \text{ mol/L}$) 称取 1.2117 g 纯锌($w_{\text{Zn}}=99.9\%$),置于 250 mL 烧杯中,加 $\text{HCl}(1+1)20 \text{ mL}$,加热溶解,并蒸发至 $4\sim 5 \text{ mL}$,移入 1000 mL 容量瓶中,用水定容。

EDTA 标准溶液(0.04 mol/L) 称取 15 g EDTA 溶于 1000 mL 水,摇匀。

标定:取 15.00 mL EDTA 标准溶液,置于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL ,加入 1 mL 5 g/L CTMAB, 10 mL 醋酸-醋酸钠缓冲液,二滴二甲酚橙指示剂,用锌标准溶液滴定至溶液由黄变红即为终点。

氟化铵溶液(500 g/L), HCl (分析纯), HNO_3 (分析纯)。

1.2 试验方法

取含 10 mg Al 和 25 mg Ni 的铝、镍标准溶液置于 250 mL 烧杯中,准确加入 25.00 mL EDTA 标准溶液,加水至 100 mL 。加 1 滴对硝基酚,滴加氨水($1+1$)至溶液变黄,滴加 $\text{HCl}(1+1)$ 至黄色消失,并过量二滴。放在电炉上加热煮沸 $2\sim 3 \text{ min}$,取下,冷却至室温。加入 10 mL 醋酸-醋酸钠缓冲液, 1 mL CTMAB,二滴二甲酚橙指示剂,用锌标准溶液滴定至溶液由黄绿色变为红色,记下消耗锌标准溶液的毫升数 V_1 。向溶液中加入 $10 \text{ mL } 500 \text{ g/L}$ 氟化铵溶液,将烧杯放在电炉上加热煮沸 5 min ,取下,冷却至室温,加 1 滴二甲酚橙指示剂,用锌标准溶液滴定至溶液变成红色,记下滴定消耗的锌标准溶液毫升数 V_2 。

2 结果与讨论

2.1 指示剂的选择

采用二甲酚橙和 CTMAB(或 CPB)作指示剂时,因为 CTMAB 的存在,二甲酚橙不会被微量的干扰元素锁住,使终点更敏锐。所以在干扰元素的种类不多和质量很小时,单独用二甲酚橙,终点也是敏锐的。

2.2 氟盐的选择

氟盐置换时可选用 NaF , KF , NH_4F 等,但在铁铝共存(铁量较少)时,用 NH_4F 较好,因它不会置换 EDTA-Fe 中的 EDTA,而 NaF , KF 会将 EDTA-Fe 中的 EDTA 置换出来而干扰测定。

2.3 镍对滴定终点的影响

二价镍离子是有色的,大量存在时会影响滴定终点的判断。试验证明,在试液中镍量低于 50 mg ,不会影响终点的观察。试验结果见表 1。

2.4 干扰元素

经试验, K^+ , Na^+ , NH_4^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Ag^+ , NO_3^- , SO_4^{2-} , Cl^- 及少量 SiO_3^{2-} , VO_3^- , CrO_4^{2-} 不干扰测定。 Cu^{2+} 可以用硫脲掩蔽, 2 g 硫脲可掩蔽 50 mg 铜。 Pb^{2+} 以 PbSO_4 沉淀除去,加入 HBr 可使 Sn^{2+} , Sn^{4+} , Sb^{3+} , Sb^{5+} 生成溴化物挥发除去, HClO_4 可使铬挥发除去。由于铝镍合金是由纯铝和纯镍熔炼而成, Fe^{3+} , Zn^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+} , Cd^{2+} , Ti^{4+} , Zr^{4+} 及稀土等杂质元素的质量分数都在 0.1% 以下,所以一般可以不考虑其干扰的问题,但作为催化剂用的

表 1 镍对测定结果的影响

Table 1 Effect of Ni on the test result

加入铝 /mg	加入镍 /mg	测得铝 /mg	测得镍 /mg
10		9.88	
10	10	9.90	9.95
10	20	9.92	20.01
10	30	9.88	29.90
10	40	9.90	39.80
10	50	9.90	49.60

骨架镍,为提高催化性能,有时会掺入第三元素,其掺入质量分数一般在 0.1%~1.0%之间,可根据具体情况采取适当的方法消除干扰.

2.5 加入回收试验

加入回收试验的结果见表 2. 从表 2 可见,铝的回收率在 97%以上,镍在 98%以上.

表 2 加入回收试验的结果
Table 2 Results of addition recovery test

样品	加入量/mg		测得量/mg		回收率/%	
	Al	Ni	Al	Ni	Al	Ni
面粉	0	0	17.25	30.60		
面粉	5.00	5.00	22.17	35.55	98.40	99.00
面粉	10.00	10.00	26.98	40.46	97.30	98.60
底粉	0	0	9.73	39.77		
底粉	5.00	5.00	14.67	44.73	98.80	99.20
底粉	10.00	10.00	19.49	49.63	97.60	98.60

3 样品分析步骤

称取 0.5000 g 铝镍合金样品置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL HCl,加热溶解,数分钟后,加入 5 mL HNO₃,继续加热至样品全部溶解,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水定容.

吸取 10.00 mL 溶液于 250 mL 烧杯中,加入 0.4 mol/L EDTA 标准溶液 25~40 mL(视 Al,Ni 含量而定),以下操作同试验方法. 样品分析结果见表 3.

合金中铝和镍含量计算如下:

$$w_{Al} = \frac{V_z M_1 \times 26.98}{m} \times 100\%$$
$$w_{Ni} = \frac{[V_0 M_0 - (V_1 + V_2) M_1] \times 58.71}{m} \times 100\%$$

式中: V_0 ——加入 EDTA 标准溶液毫升数; M_0 ——EDTA 标准溶液的浓度, mol/L; V_1 ——置换前滴定消耗锌标准溶液毫升数; V_2 ——置换后滴定消耗锌标准溶液毫升数; M_1 ——锌标准溶液的浓度, mol/L; m ——滴定时所取样品质量, mg.

表 3 样品分析结果
Table 3 Results of sample analysis

	Ni-Al 合金样品					
	1	2	3	4	5	6
$w_{Ni}/\%$	47.66	47.45	48.17	46.65	45.22	42.34
$w_{Al}/\%$	51.36	51.65	50.95	52.40	53.90	56.96

4 结 论

采用连续滴定的方法,在同一份试液中同时测定铝镍合金中的铝和镍,此法检测速度快,结果准确可靠.铝和镍的回收率分别在 97%和 98%以上.本法可用于铝镍合金及骨架镍中铝和镍的测定.

参考文献:

- [1] 北京矿冶研究总院分析室. 矿石及有色金属分析手册[M]. 北京:冶金工业出版社,1990. 68, 118.

Determination of Al and Ni in Al-Ni alloy

SHAO Yong-tian, MAI Li-bi

(Analysis and Testing Research Center, Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals,
Guangzhou 510651, China)

Abstract: Al and Ni in an Al-Ni alloy were simultaneously determined in the same test solution by a continuous titration method. A certain amount of EDTA standard solution was added into a test solution where Al^{3+} and Ni^{2+} were complexed with EDTA, the excess EDTA was then consumed by adding a Zn^{2+} salt. EDTA in EDTA-Al was replaced by a fluoric salt, and titrated with a Zn^{2+} salt, resulting in the mass of Al. The mass of Ni was calculated by deducting the mass of Al from that of the alloy. The method features fast determination, simple procedure and accurate result, with the recoveries of Al and Ni more than 97% and 98% respectively.

Key words: Ni; Al; titration