

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 325.5—2009
代替 YS/T 325—1994

镍铜合金化学分析方法 第 5 部分：铝量的测定 Na₂EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of nickel-copper alloy—
Part 5: Determination of aluminum content—
The Na₂EDTA titrimetric method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布



前 言

YS/T 325—2009《镍铜合金化学分析方法》共有 6 部分。

- 第 1 部分:镍量的测定 Na₂EDTA 滴定法
- 第 2 部分:铜量的测定 电解重量法
- 第 3 部分:铁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 4 部分:锰量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 5 部分:铝量的测定 Na₂EDTA 滴定法
- 第 6 部分:钛量的测定 二安替吡啉甲烷分光光度法

本部分为 YS/T 325 的第 5 部分。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位:中铝沈阳有色金属加工有限公司。

本部分参加起草单位:宝钛集团有限公司、长沙矿冶研究院。

本部分主要起草人:张皓、李雅民、刘艳、刘婷、肖湘、杨维维、杨林。

镍铜合金化学分析方法

第5部分:铝量的测定

Na₂EDTA 滴定法

1 范围

YS/T 325 的本部分规定了镍铜合金中铝量的测定方法。

本部分适用于镍铜合金中铝量的测定。测定范围:1.00%~7.00%。

2 方法原理

试料用硝酸溶解,调节溶液 pH4.2~pH4.4,在盐酸羟胺、苦杏仁酸存在下,苯甲酸铵与铝生成沉淀。沉淀用盐酸溶解,加入过量的 Na₂EDTA,使之与铝络合。用锌标准滴定溶液滴定过量的 Na₂EDTA。加入氟化钠,再用锌标准滴定溶液滴定被释放出来的 Na₂EDTA。

3 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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 氟化钠。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 盐酸(1+2)。

3.5 盐酸[$c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$]。

3.6 氨水($\rho=0.90 \text{ g/mL}$)。

3.7 缓冲溶液:将 125 g 无水乙酸钠溶解于水中,加入 130 mL 盐酸(3.3),用水稀释至 1 000 mL,混匀。此溶液约为 pH4.5。

3.8 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

3.9 苦杏仁酸溶液(100 g/L)。

3.10 苯甲酸铵溶液(80 g/L)。

3.11 苯甲酸铵洗液:将 400 mL 水、50 mL 苯甲酸铵溶液(3.10)与 50 mL 盐酸羟胺(3.8)混匀。

3.12 六次甲基四胺溶液(300 g/L)。

3.13 乙酸(1+1):用 36% 乙酸配制。

3.14 对硝基酚溶液(2 g/L)。

3.15 二甲酚橙溶液(2 g/L)。

3.16 乙二胺四乙酸二钠(Na₂EDTA)标准溶液[$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=0.025 \text{ mol/L}$]。将 9.3 g Na₂EDTA 溶于 200 mL 热水中,冷却移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.17 铝标准溶液:称取 1.000 0 g 金属铝(铝的质量分数 $\geq 99.95\%$)置于 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 20 mL 氢氧化钠溶液(300 g/L),缓慢加热溶解完全,冷却。用盐酸(3.3)调至沉淀消失,溶液清澈,此时溶液呈酸性,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铝(ρ)。

3.18 锌标准滴定溶液[$c(\text{Zn})=0.020 \text{ mol/L}$]

3.18.1 配制

称取 1.308 g 金属锌(锌的质量分数≥99.95%)置于 300 mL 烧杯中,以尽量少的盐酸(3.3)溶解后,调至 pH2~pH3,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.18.2 标定

移取 10.00 mL 铝标准溶液(3.17)(V_1)于 300 mL 烧杯中,加 30 mL Na_2EDTA 标准溶液(3.16),以下按 5.3.5~5.3.7 进行。

按式(1)计算锌标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{\rho \cdot V_1 \times 10^{-3}}{26.98 \times V_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——锌标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);

ρ ——铝标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——移取铝标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——标定时所消耗锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

26.98——铝的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

取 3 份进行标定,其所消耗的锌标准滴定溶液的体积极差不超过 0.10 mL,取其平均值。否则重新标定,结果保留四位有效数字。

4 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试料(4)(m_0),精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量

铝的质量分数/%	试料量/g
1.00~3.50	0.400
>3.50~7.00	0.200

5.2 测定次数

独立地进行二次测定,取其平均值。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 300 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.2),加热溶解完全,煮沸除去氮氧化物。

5.3.2 加水至体积约为 80 mL,滴加氨水(3.6)至产生少量沉淀(要边滴加边用玻璃棒搅拌,操作时要尽量不使沉淀附在烧杯内壁上),立即滴加盐酸(3.4)使沉淀刚好溶解。加入 70 mL 缓冲溶液(3.7),10 mL 盐酸羟胺溶液(3.8)和 6 mL 苦杏仁酸溶液(3.9),加热煮沸,加入 25 mL 苯甲酸铵溶液(3.10),充分搅拌后,于电热板低温处放置 20 min,使沉淀陈化。

5.3.3 用快速定量滤纸过滤,以热苯甲酸铵洗液(3.11)洗涤烧杯二次、洗涤沉淀二次。用玻璃棒将大部分沉淀移入原烧杯中,再分 3 次滴加 10 mL 热盐酸(3.4)以溶解滤纸上剩余沉淀,在每次加完热盐酸(3.4)后,用热水洗涤沉淀及滤纸 1~2 次,最后用热水洗涤滤纸 4 次。加热煮沸使沉淀完全溶解,冷却。

5.3.4 按表 2 加入 Na_2EDTA 标准溶液(3.16)。

表2 加入 Na₂EDTA 标准溶液(3.16)量

铝的质量分数/%	Na ₂ EDTA 标准溶液体积/mL
1.00~2.00	25
>2.00~3.50	30
>3.50~4.00	25
>4.00~7.00	30

5.3.5 加入 2 滴对硝基酚溶液(3.14),用氨水(3.6)中和至溶液呈黄色,然后滴加盐酸(3.5)至溶液恰变无色,并过量 2.5 mL 盐酸(3.5)。加水至溶液体积约 100 mL,加热煮沸约 1.5 min,冷却。

5.3.6 加入 5 mL 六次甲基四胺溶液(3.12),4 滴二甲酚橙液(3.15),用锌标准滴定溶液滴定至溶液由黄色恰变为紫红色(不计毫升数)。

5.3.7 向溶液中加入 1 g 氟化钠(3.1),煮沸 1 min,冷却。滴加乙酸溶液(3.13)呈黄色,用锌标准滴定溶液(3.18)滴至溶液由黄色恰变为紫红色为终点(V_2 、 V_3)。

6 分析结果的计算

按式(2)计算铝的质量分数 w_{Al} ,数值以%表示:

$$w_{Al} = \frac{c \cdot V_3 \times 26.98}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c ——锌标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);

V_3 ——滴定时所消耗锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

26.98——铝的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

所得结果表示至小数点后第二位。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在以下给出的平均值范围内,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 3 采用线性内插法求得:

表 3 重复性限

铝的质量分数/%	0.99	2.49	7.00
重复性限(r)/%	0.08	0.06	0.16

注:重复性限(r)为 $2.83S_r$, S_r 为重复性标准偏差。

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测试值,在以下给出的平均值范围内,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 采用线性内插法求得:

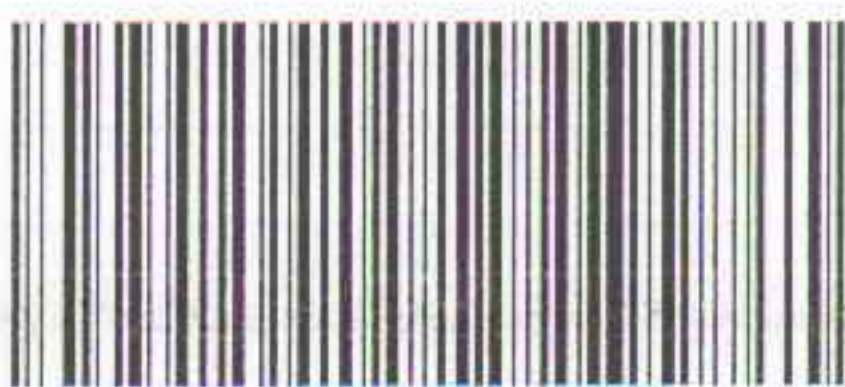
表 4 再现性限

铝的质量分数/%	0.99	2.49	7.00
再现性限(R)/%	0.12	0.06	0.16

注:再现性限(R)为 $2.83S_R$, S_R 为再现性标准偏差。

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。



YS/T 325.5-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-20517

定价: 14.00 元