

试验研究

丁二酮肟光度法直接测定铜镍合金中镍

朱春霞

(莱芜钢铁股份有限公司 品质保证部, 山东 莱芜 271104)

摘要:以盐酸、过氧化氢溶解试样,用柠檬酸铵掩蔽三价铁离子,在氨性介质中有氧化剂(碘)存在时镍与丁二酮肟生成可溶性酒红色络合物,其色泽强度与镍的含量成正比例关系,借此可用吸光度法直接测定镍。铜的蓝色影响可采用空白液作参比予以抵消。本方法简便、快速、结果准确。

关键词:铜镍合金;镍;直接光度法;丁二酮肟;氨性介质;碘氧化剂

中图分类号:O657.32

文献标识码:A

文章编号:1004-4620(2008)05-0058-02

1 前言

铜镍合金是炼钢生产的添加剂,在钢液中加入一定量的铜作为合金元素,以达到改善其耐大气腐蚀性能等特殊要求。镍作为合金元素加入钢中能使钢具有更高的韧性、防腐抗酸性、提高导磁性、增加硬度及特殊的机械性能等。铜镍合金一般含铜53%~55%,镍22%~24%,其余为铁、锌、锰等元素。大量的铜影响光度法直接测定镍,以往多采用丁二酮肟沉淀分离络合滴定法,该法繁琐费时。为了提高测定镍的速度,参考有关文献^[1-6],采用了丁二酮肟光度法直接测定镍。试样以盐酸、过氧化氢溶解后,用柠檬酸铵掩蔽三价铁离子的干扰,在氨性介质中,以碘作氧化剂,镍与丁二酮肟生成酒红色络合物,此颜色深度与镍含量在一定范围内符合比耳定律,同时最大吸收波长在460~470 nm,但由于用柠檬酸铵掩蔽Fe³⁺所形成的络合物在460 nm波长处也有吸收,故在测定镍时选用530 nm波长。

二价铁离子能和丁二酮肟生成红色络合物干扰镍的测定,溶解试样时借用过量的过氧化氢将其氧化成三价铁,因柠檬酸铵与Fe³⁺生成络合物,可消除其干扰。

丁二酮肟光度法直接测定铜镍合金中镍,关键是消除大量铜子对镍的干扰。文献[3]介绍,可利用EDTA掩蔽法消除。因为EDTA与Cu²⁺生成的络合物比相应的丁二酮肟与镍的络合物稳定常数大,在显色液中加入EDTA后,铜的色泽立即退去。铜与丁二酮肟的络合物和镍与EDTA的络合物稳定系数近似,加入丁二酮肟使镍显色后,再加EDTA溶液不会破坏已经显色的镍络合物。对于Cu-EDTA络合物的蓝颜色影响,则采用试样空白液作参比液予以

抵消。借此消除大量铜对丁二酮肟光度法直接测定铜镍合金中镍的干扰。

2 仪器与试剂

721型分光光度计。盐酸: $\rho=1.19$ g/mL;过氧化氢:30%;柠檬酸铵溶液:50%;氨水:1+1;纯铜标样:含Cu 99.96%;纯镍标样:含Ni 99.99%;碘溶液:称取3.2 g碘溶解于含有8 g碘化钾的50 mL水中,完全溶解后以水稀释至1 000 mL,摇匀;氨性丁二酮肟溶液:称取1 g丁二酮肟溶解于500 mL氨水中,以水稀释至1 000 mL,摇匀;EDTA标准溶液:0.05 mol/L。

3 实验方法

准确称取0.023 0 g纯镍标样(含Ni 99.99%)及0.055 0 g纯铜标样(含Cu 99.95%)为标准样品;准确称取0.100 0 g铜镍合金试样分别于100 mL钢铁两用瓶中,加3 mL盐酸及30%过氧化氢1 mL,此时反应激烈。当样品快要溶解完时低温加热使样品溶解完全,取下沿瓶壁加10 mL水。再加热煮沸驱除过量的H₂O₂,取下以流水冷却至室温,以水稀释至刻度,摇匀。标准样品和试样都准确移取2 mL试液两份分别于100 mL容量瓶中作如下处理。

显色液:加5 mL柠檬酸铵溶液,准确加入10 mL碘溶液(加入量必须准确,否则导致镍结果不稳),加35 mL水,混匀。加20 mL丁二酮肟溶液,放置1~2 min后,加5 mL EDTA标准溶液,以水稀释至刻度,摇匀。

空白液:加5 mL柠檬酸铵溶液,准确加入10 mL碘溶液,加35 mL水,混匀。放置1~2 min后,加20 mL氨水(1+1),5 mL EDTA标准溶液,以水稀释至刻度,摇匀。用1 cm比色皿,721分光光度计于波长530 nm处以空白液为参比测定吸光度。按直接比较法计算试样中镍含量。计算公式为:

$$Ni\% = \frac{Ni_{标准} \times A_{试样}}{A_{标准}}$$

收稿日期:2008-02-25

作者简介:朱春霞,女,1962年生,1998年毕业于曲阜师范大学化学专业。现为莱钢品质保证部型钢化验室工程师,从事钢铁、铁合金、矿石原燃料及炼钢辅助原料的质量分析及质量管理工作。

式中, $Ni_{\text{标样}}$ 表示标样中的镍百分含量; $A_{\text{标样}}$ 为标样的吸光度; $A_{\text{试样}}$ 为试样的吸光度。

4 试验结果与讨论

用铜镍合成样品及试样测定镍结果见表1。

表1 铜镍合金样品试验镍结果对照 %

样品	认定值	本法测定值($n=6$)	平均值	标准偏差	RSD
1*标样	23	23.04, 23.08, 22.96, 23.08, 22.90, 22.92	22.99	0.065	0.2827
2*标样	22	21.98, 22.06, 21.94, 22.04, 22.06, 21.92	22.00	0.056	0.2545
试样		23.50, 23.42, 23.40, 23.46, 23.42, 23.39	23.43	0.041	0.1750

试样用盐酸、过氧化氢溶解完全后,一定要加热煮沸分解破坏过剩的过氧化氢,否则影响显色液的稳定性。加入柠檬酸铵是掩蔽 Fe^{3+} ,消除对光度法测定镍的影响。加入碘氧化剂溶液量必须准确,

否则易导致镍的测定结果不稳定。氨性丁二酮肟溶液不宜放置太久,否则会因试剂分解而变为浅黄色,并析出针状晶体,致使浓度降低影响镍分析结果。参比液中加入的20 mL氨水(1+1)浓度准确,否则会增大误差。空白液中不宜加丁二酮肟溶液,而应加入20 mL氨水(1+1)。

参考文献:

- [1] 国家机械工业委员会.工业分析[M].北京:机械工业出版社,1998.
- [2] 成文,方平.合金钢化学分析[M].北京:冶金工业出版社,1993.
- [3] 上海材料研究所.金属材料化学分析方法[M].北京:机械工业出版社,1984.
- [4] 王际祥,徐敏.丁二酮肟光度法测定铜镍合金中镍[C]//第七届全国高速分析学术交流会论文集.深圳:中国兵器工业出版社,1998.
- [5] 徐盘明,赵祥大.实用金属材料分析方法[M].合肥:中国科学技术大学出版社,1990.
- [6] 吴诚.金属材料化学分析[M].上海:上海交通大学出版社,2003.

Direct Determination of Nickel in Copper-nickel Alloy by Dimethylglyoxime Photometric Method

ZHU Chun-xia

(The Quality Assurance Department of Laiwu Iron and Steel Co., Ltd., Laiwu 271104, China)

Abstract: After samples were dissolved with hydrochloric acid and hydrogen peroxide, ammonium citrate was used to mask ferric ion. In ammoniac medium, when oxidant (iodine) was present, nickel and dimethylglyoxime created dissoluble complex, of which the color and luster intensity were in direct proportion to nickel content, by which absorption photometry can be used to direct determine nickel. The influence of copper blue color can be counteracted by the liquid blank. This method is simple, rapid and accurate.

Key words: copper-nickel alloy; nickel; direct photometric method; dimethylglyoxime; ammoniac medium; iodine oxidant

(上接第55页)

Step Control of Electric Regulating Valve

BAI Hong-guang¹, QU Si-min², LV Hai-jing¹, JIA Fa-qiang², MENG Xin-you¹

(1 Shandong Metallurgical Research Institute, Jinan 250014, China; 2 Jinan Iron and Steel Co., Ltd., Jinan 250101, China)

Abstract: It is difficult to describe the output of an electric regulating valve with an accurate mathematical model, but it can be accurately measured. With that in mind step-by-step control does not directly respond to the input signal, but a number of fixed points of each step in accordance with the measurement results of the output signal to guide instruction input signal step by step approach to setting volume. The adoption of a reasonable set of control parameters, this method will enable the controlling target running smoothly. This method is suitable for follow controls or stability controls of flow or pressure less demanding in response to the speed.

Key words: electric regulating valve; step control; step; sampling period; response speed

国家陶瓷与耐火材料产品质量监督检验中心正式揭牌



2008年9月16日上午,国家陶瓷与耐火材料产品质量监督检验中心在淄博市中国科技陶瓷城正式揭牌。国家认监委实验室与检测监管部主任刘安平,山东省质监局局长丛大鸣,淄博市委副书记、市长周清利出席并致辞。淄博市副市长刘有先主持揭牌仪式,淄博市质监局党组书记、局长林平介绍中心建设情况。

国家陶瓷与耐火材料产品质量监督检验中心是全国唯一一家集陶瓷与耐火材料为一体的国家质检中心,它不仅填补了国内无两大行业综合性国家级检验中心的空白,也

宣告结束了华东地区一直没有国家陶瓷与耐火材料质检中心的历史。该中心建筑面积11 000 m²,拥有国内外先进检验仪器设备220余台(套),价值1 500万元,通过了国家计量认证/审查认可验收、实验室认可三合一授权,检验业务范围覆盖各类耐火材料、保温材料、玻璃纤维、建筑陶瓷、卫生陶瓷和日用陶瓷等产品及生产原材料。该中心将为耐火材料、陶瓷的生产、销售和使用单位提供公正、科学、权威的质检技术服务,为推动耐火材料、陶瓷行业的发展提供有力的专业技术支持。

(本刊讯)