

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 807.3—2012

铝中间合金化学分析方法 第3部分：镍含量的测定 EDTA 滴定法

Chemical analysis methods of aluminum hardeners—
Part 3: Determination of nickel content—
EDTA titrimetric method

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

前 言

YS/T 807—2012《铝中间合金化学分析方法》分为 14 个部分：

- 第 1 部分：铁含量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 2 部分：锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法；
- 第 3 部分：镍含量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 4 部分：铬含量的测定 过硫酸铵氧化-硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 5 部分：铅含量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 6 部分：硼含量的测定 离子选择电极法；
- 第 7 部分：铍含量的测定 依莱铬氰兰 R 分光光度法；
- 第 8 部分：铈含量的测定 碘化钾分光光度法；
- 第 9 部分：铋含量的测定 碘化钾分光光度法；
- 第 10 部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：铜含量的测定 硫代硫酸钠滴定法；
- 第 13 部分：钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 14 部分：铟含量的测定 EDTA 滴定法。

本部分为 YS/T 807 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位：东北轻合金有限责任公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司、抚顺铝业有限公司。

本部分主要起草人：李文志、张红霞、李媛媛、晁晓艳、张颖、姚永峰、计春雷、冷小微、侯向东。

铝中间合金化学分析方法

第3部分:镍含量的测定

EDTA 滴定法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

YS/T 807 的本部分规定了铝中间合金中镍含量的测定方法。

本部分适用于铝中间合金中镍含量的测定。测定范围:5.0%~25.0%。

2 方法提要

试料用盐酸溶解,用氟化钠掩蔽铝、铁等干扰元素。在弱酸性溶液中,准确加入过量的 EDTA 标准溶液络合试液中的镍离子,以二甲酚橙为指示剂,用锌标准溶液滴定剩余的 EDTA,测定镍含量。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用优级纯试剂和亚沸水或不含钾的蒸馏水。

3.1 盐酸(1+1)。

3.2 氨水($\rho=0.90$ g/mL)。

3.3 氟化钠饱和溶液:称取 55 g 氟化钠于烧杯中,加入 1 000 mL 水,加热煮沸 30 min,冷却,将上层溶液移入试剂瓶中。

3.4 乙酸铵溶液(500 g/L)。

3.5 对硝基酚溶液(2 g/L)。

3.6 二甲酚橙-氯化钠固体指示剂:称取 1 g 二甲酚橙和 99 g 氯化钠于玻璃研钵中,混合研细,保存于试剂瓶中。

3.7 锌标准溶液(0.025 mol/L):称取 1.634 8 g 金属锌[$w(\text{Zn})\geq 99.99\%$]于烧杯中,加入 30 mL 盐酸(3.1),加热溶解完全,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.8 EDTA 标准溶液(0.025 mol/L)。

3.8.1 配制:称取 9.3 g EDTA 于烧杯中,加入 500 mL 水,加热溶解完全,冷却,过滤于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.8.2 标定:移取 20.00 mL 锌标准溶液(3.7)于 500 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.1),加入 50 mL 氟化钠饱和溶液(3.3)、2 滴对硝基酚溶液(3.5),用氨水(3.2)中和至黄色,再用盐酸(3.1)调至无色并过量 4 滴,加入 5 mL 乙酸铵溶液(3.4),加入少量二甲酚橙-氯化钠固体指示剂(3.6),用 EDTA 标准溶液(3.8.1)滴定至红色消失溶液呈亮黄色为终点。

3.8.3 计算:按式(1)计算 EDTA 标准溶液的浓度:

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