

钢中镍的快速分析——丁二肟直接光度法

鞠 伟

(桂林市质量检验所, 广西 桂林 541000)

摘 要: 试样经酸分解后, 经高氯酸发烟, 在有氧化剂存在的碱性介质中, 加入显色剂直接比色, 从而测定出钢中镍的含量。方法简便、快速、实用, 具有较高的精密度和准确度。

关键词: 光度法; 钢; 镍

中图分类号: O 657.3

文献标识码: A

文章编号: 1003-0840(2001) 03-0042-02

镍是钢中重要的合金元素之一, 它可以提高钢的机械性能, 增加钢的强度、韧性、耐热性、防腐蚀及抗酸性、导磁性等。钢中镍的测定方法有多种, 光度分析法是最常用的测定方法, 其中丁二肟光度法简单、快速、准确, 应用最广。虽然此法被广泛应用, 但该方法需分取比色, 影响了分析速度, 同时镍的测定范围较小。本文提出了用盐酸、过氧化氢快速溶样, 在提高氧化剂浓度的情况下, 以水为参比, 无需分取, 直接进行显色测定镍的方法。应用该方法提高了分析速度, 扩大了测定范围(0.40% ~ 20.0%), 适用于低、中、高合金钢。同时, 就各种试剂用量对吸光度的影响进行了试验, 其精密度和分析误差都达到了国家标准允许的范围。

1 试验部分

1.1 试剂与仪器

盐酸(密度1.19)、过氧化氢(30%)、高氯酸(密度1.67);

酒石酸钠-氢氧化钠混合溶液: 将25%的酒石酸钠和10%的氢氧化钠溶液按(3+2)体积混合配制;

丁二肟-乙醇溶液: 1%; 过硫酸铵溶液: 10%。

VIS-7220型可见分光光度计。

1.2 试验方法

称取试样100~600 mg于100 mL两用瓶中, 加盐酸、过氧化氢各2 mL, 待试样溶解后, 加2 mL高氯酸, 加热冒烟至瓶底蒸干, 取下稍冷后加水60 mL, 加酒石酸钠-氢氧化钠混合溶液20 mL, 过硫

酸铵溶液10 mL, 加丁二肟-乙醇溶液2 mL, 用水稀至刻度; 摇匀后, 用0.5 cm比色皿, 于530 nm处, 以水为空白测定吸光度。

2 结果与讨论

2.1 氧化剂的用量

试验发现, 提高过硫酸铵浓度, 可使显色速度加快, 放置1 min左右, 络合物趋于稳定, 可直接测定且灵敏度较高。本文选择了10%的过硫酸铵溶液。取同种标钢按试验方法操作, 只改变过硫酸铵用量, 对最佳用量进行试验, 结果表明, 加入5~10 mL过硫酸铵时吸光度最大且恒定。本试验选择10 mL 10%过硫酸铵溶液为氧化剂的最佳用量。

2.2 丁二肟-乙醇溶液的用量

试验表明, 丁二肟-乙醇的用量在1~5 mL时测得吸光度最大且稳定。本试验选择2 mL为最佳用量。

2.3 显色速度及稳定时间

试剂加入且混匀后, 显色反应即可完成, 放置2 h后, 其吸光度不变。

2.4 工作曲线的绘制

取不同镍含量的标钢, 按试验方法进行操作, 结果表明, 镍含量在0.4%~20%范围内曲线呈良好的线性关系。

2.5 干扰的消除

酒石酸钠可隐蔽钛、铁的干扰; 乙醇的存在使锰在显色液中少于1.35 mg时不干扰测定; 应用高氯酸冒烟进行溶样, 可使试样在含量范围内铜、铬不干扰测定。

2. 6 方法的精密度和准确度

2. 6. 1 精密度试验

取编号为 BH0228、牌号为 1Cr18Ni9Ti 的标钢按试验方法进行了 8 次平行测定, 结果见表 1。由表 1 可见, 方法的精密度较好。

表 1 方法的精密度试验

测定值 / %		平均值 / %	标准含量 / %	RSD %
10. 17	10. 10	10. 16	10. 13	0. 04
10. 23	10. 20			
10. 18	10. 15			
10. 15	10. 18			

2. 6. 2 准确度试验

取不同镍含量的标钢按试验方法进行测定, 结果令人满意, 误差均在国家标准允许的范围之内, 结果见表 2。

3 结论

通过提高过硫酸铵的浓度, 将酒石酸钠与氢氧化钠预先混合配制, 不需分取直接比色等具体试验,

表 2 准确度试验

编号	标样牌号	标准含量 / %	测定结果 / %		
BH0235	低合金钢	0. 521	0. 508(* 2)	0. 518	
BH85-1	低合金钢	1. 80	1. 82	1. 83	1. 86
452	合金钢	2. 97	2. 99(* 2)	2. 95	
94174	中合金钢	4. 93	4. 90	4. 93	4. 99
223	Cr18Ni9Cu3Ti	8. 85	8. 82(* 3)		
BH0228	1Cr18Ni9Ti	10. 13	10. 15(* 2)	10. 11	
TB90-02	Cr17Ni14Mo	14. 18	14. 21	14. 12	14. 15
7701	1Cr21Ni17Ti	17. 66	17. 64	17. 62	17. 60

对钢中不同的镍含量测定进行了研究。结果表明, 此分析方法缩短了分析时间, 加快了显色速度, 精密度及准确度较高, 因而既适用于一般的成品分析, 也适用于炉前的快速分析。

参考文献:

[1] 卢钟录, 符宁. 实用冶金分析——方法与基础[M]. 沈阳: 辽宁科学技术出版社, 1990. 110.

Rapid Analysis of Nickel in Iron by Diacetyldioxime photometric method

JU Wei

(Guilin Quality Inspection Institute, Guilin 541000, China)

Abstract: In the present of oxidant, the sample reacted colorimetric reaction adding chromogenic agent in alkaline medium, and the nickel in iron was directly determined with high precision and accuracy.

Keywords: photometric method; iron; mickel

2002 年《精细化工中间体》征订启事

《精细化工中间体》是由湖南化工研究院主办, 经国家新闻出版署注册向国内外公开发行的科技期刊, 是中国化工学会精细化工专业委员会中间体协作网网刊, 专业定位于精细化工中间体和精细化工。本刊是一级期刊, 为 CA、AJ、CSA、AA 等收录。

《精细化工中间体》为双月刊, 国内统一刊号: CN 43-1354/TQ, 国际标准刊号: ISSN 1009-9212, 大 16 开, 单价 6 元/本, 全年 6 期定价为 36 元(国外订价 36 美元)。邮发代号 42-132, 全国各地邮局均可订阅, 也可汇款到编辑部订阅。

地址: 长沙市芙蓉中路 399 号《精细化工中间体》杂志社 邮编: 410007

电话: (0731) 5532389 5533493-1825 传真: (0731) 5532389

开户行: 中国建设银行长沙市新星分理处 账户: 湖南省化工信息中心

帐号: 1760061016900002112