

钢铁中磷砷硅锰联合快速测定方法的改进

赵昆松

(新疆化工设计研究院, 乌鲁木齐 830006)

陈斌强

(新疆工业设备安装公司中心试验室, 乌鲁木齐 830000)

摘要 对钢铁中砷含量的快速测定方法提出了改进意见, 提高了稳定性和准确度, 拟定了硅、锰、磷、砷四元素的联合快速测定新规程。

关键词 磷砷硅锰 亚铁还原 吸光光度法

钢铁材料中含砷量超过规定时, 将大大降低延伸率, 并增加脆性; 当砷含量大于 0.03% 时, 对铸件的质量将产生严重危害, 因此, 本人在文献[1, 2]的基础上, 对砷的测定做了改进, 提高了方法的稳定性和准确度, 并拟定了硅、锰、磷、砷四元素的联合快速测定规程。

1 试验部分

1.1 试剂

硫硝混合酸: 每 1000ml (5 + 95) 硫酸中加入 8ml 浓硝酸。

过氧化氢: (30%) H_2O_2 与 H_2O 1:1 混合。

硝酸铋溶液 (10%): 称取 10g 硝酸铋, 加浓 HNO_3 10ml, 溶解后稀释至 100ml。

硫酸亚铁铵溶液 (6%): 称取硫酸亚铁铵 6g, 加水溶解后加 H_2SO_4 (1 + 1) 6 滴, 加水稀释至 100ml。

1.2 操作步骤

1.2.1 试样的溶解

碳钢、低合金钢: 称取试样 0.3000g, 加入 HNO_3 (1 + 1) 25ml, 加热溶解, 加高硫酸铵 (30%) 5.0ml, 继续煮沸至过量的高硫酸铵完全分解、冷却, 移入 50ml 容量瓶中稀释至刻度。

1.2.2 硅的测定

吸取试液 2.0ml (铁样吸 1.0ml) 于盛有钼酸铵 (5%) 5.0ml 和硝酸 (1 + 3) 1.3ml 的 150ml 锥形瓶中 (铁样为加入硫酸混酸 2.0ml), 加 H_2O 30ml, 放置 5 ~ 15min, 加草酸 (5%) 10ml,

摇匀, 立即加入硫酸亚铁铵 5.0ml。用 1cm 比色皿, H_2O 为参比, $\lambda = 680nm$ 处在分光光度仪上, 测量吸光度 A。从标准钢样所绘制的检量线上查出含硅量。

1.2.3 锰的测定

吸取试液 10.0ml (铁样吸 20.0ml) 于盛有 $AgNO_3$ (0.5%) 10.0ml 和高硫酸铵 (10%) 50ml 的 100ml 锥形瓶中, 放置 5 ~ 15min 后, 用 1cm 比色皿, 水为参比 (低合金钢试样: 于剩余显色溶液中, 加入 EDTA 5%, 1 ~ 2 滴, 退色后作为参比液), 于 $\lambda = 530nm$ 处在分光光度仪上, 测量吸光度 A。从标准钢样所绘制的检量线上查出含锰量。

1.2.4 磷、砷总量的测定

钢样: 吸取 10.0ml 试液置于已盛有钼酸铵溶液 (1%) 5.0ml 和淀粉溶液 (1%) 2.0ml 的干燥的 100ml 锥形瓶中, 加入抗坏血酸 (4%) 10.0ml 及硝酸铋溶液 3 滴。

铁样: 加入钼酸铵溶液 (0.5%) 5.0ml, 抗坏血酸 (2%) 10.0ml, 其他同上。

1.2.5 磷的测定

钢样: 吸取 10.0ml 试液置于已盛有钼酸铵溶液 (1%) 5.0ml 和淀粉溶液 (1%) 2.0ml, 硫代硫酸钠溶液 (10%) 3 滴的干燥的 100ml 锥形瓶中, 加入抗坏血酸 (4%) 10.0ml 及硝酸铋溶液 3 滴。

铁样: 加入钼酸铵溶液 (0.5%) 5.0ml, 硫代硫酸钠溶液 (10%) 3 滴, 抗坏血酸 (2%) 10.0ml, 其余同上。放置 15min 后, 于 $\lambda = 690nm$

用1cm比色皿,以水为参比,测定吸光度。

减去磷的吸光度后测定砷,以标准钢样分别绘制磷、砷的检量线,由此求出磷、砷的含量。

本方法采用的表样为 BH1307-1j; BH1308-1j; BH1309-1j 和 BH1310-1j。

2 结果与讨论

2.1 稳定剂对测定的影响

在磷砷联合测定中,我们发现加入淀粉能改善显色液的稳定性,不加淀粉的条件下,测定磷时的稳定性尚好,但测定磷砷含量时吸光度呈逐步上升趋势(见表1),加入淀粉(1%) 2ml 作为稳定剂后,吸光度的稳定性有所改善(见表1),在1.5h内无明显变化,此外,加入淀粉以后还使显色速度加快及显色酸度范围有所扩大。

2.2 其他测定条件的影响

测定磷及砷时,溶液酸度与钼酸铵浓度之间有相互制约的关系,在本方法的试验条件下,当钼酸铵的总浓度控制在0.2%时,溶液浓度的适宜范围为0.60~0.65ml·L⁻¹(HNO₃)之间,这时稳定性最好,通过试验只要控制溶液HNO₃(1+3)的加入量在20~25ml间,可达到这一要求。本法规定加入HNO₃(1+3) 25ml,加入15ml、30ml的效果都不好。此外,我们采取显色后不再定量稀释的方式,因为加水稀释会影响稳定性。

如上所述,钼酸铵的总浓度为0.2%,即加入钼酸铵溶液(1%)5ml。如加入2%钼酸铵溶液,将引起部分钼的还原而使吸光度增高;加入0.5%钼酸铵溶液则因浓度不够而使显色速度缓慢且不完全,分析生铁样品时,因分取的试液中铁的绝对量较少,故钼酸铵溶液加入量也应减少为0.5%的钼酸铵溶液5ml。

表1 稳定剂对磷、砷总量的影响

项目	内 容										
不加稳定剂	磷	t (min)	1	3	5	10	20	30	60	70	120
		A	0.554	0.564	0.565	0.567	0.570	0.570	0.572	0.585	0.600
	磷砷总量	t (min)	1	2	5	10	30	60	80	90	120
		A	0.644	0.646	0.646	0.648	0.664	0.678	0.678	0.614	0.664
加稳定剂	磷	t (min)	1	3	5	10	20	30	60	70	120
		A	0.580	0.582	0.585	0.585	0.592	0.598	0.600	0.600	0.600
	磷砷总量	t (min)	1	2	5	10	30	60	80	90	120
		A	0.656	0.656	0.656	0.656	0.662	0.660	0.656	0.656	0.656

参考文献

- [1]吴健祖.理化检验通讯,化学分册 1979,(2):34.
- [2]虞克禹.理化检验通讯,化学分册 1979,(2):38.