

用光度法测定湿型砂中有效膨润土含量

大连机床集团铸造厂 (大连 116033) 刘凤水

【提要】试验了用光度法快速测定湿型砂旧砂中有效膨润土含量的可行性。对蓝色亚甲基蓝残液的光吸收、亚甲基蓝在焦磷酸钠及水中热沸稳定性、样品中原砂、煤粉含量对吸光度的影响以及显色液室温下的稳定性、亚甲基蓝适宜用量等进行了试验。该方法具有简便、快速、易于掌握,不需要特殊设备和仪器等特点,测定结果稳定可靠。

关键词: 湿型砂 有效膨润土 光度法

目前,湿型砂有效膨润土的测定,一般采用“染色滴定法”。该法虽操作较简单,速度较快,但实际操作时,靠出现的“淡蓝色晕环”准确判断终点十分困难,灵敏度也相当低,有时似乎出现了终点,但继续滴入亚甲基蓝溶液仍是模模糊糊,很难判断出淡蓝色点周围出现的淡蓝色晕环,故难以用该法准确测出有效膨润土含量。

测定湿型砂有效膨润土也有用“染色滴定—光电比色法”和比色法的,但操作烦琐,需时长,准确性差。

膨润土样品弥散分布过量的固定浓度带正电性的亚甲基蓝溶液中,由于膨润土胶粒带负电性,两物质混合后产生电性中和,并快速聚沉,随亚甲基蓝浓度不同将产生变化。根据这一原理,即可进行有效膨润土含量的测定。我们试验了用光度法测定湿型砂中有效膨润土的含量。

1997年3月收到稿件。

一、测定方法

试剂采用分析天平称取亚甲基蓝1g于烧杯中,准确加水500ml,待全部溶解后移入棕色玻璃瓶中,制成0.2%亚甲基蓝溶液。

测定仪器采用721型分光光度计。

测定步骤: (1) 检量线的绘制 取100ml两用瓶6只,依次在各瓶中加入经105~110℃烘干至恒重的粒度为30H原砂0.7840g、0.7680g、0.7520g、0.7360g、0.7200g、0.7000g及105~110℃烘干至恒重的膨润土0.0160g(相当于2%膨润土含量)、0.0320g(相当于4%膨润土含量)、0.0800g(相当于10%膨润土含量)、0.1000g(相当于12.5%膨润土含量),使每个试样总重均为0.8000g,用移液管准确加水15ml,亚甲基蓝(0.2%)15ml,置于已提前10分钟升温的电炉上加热,待瓶内溶液煮沸后,立即启动

表 热熔胶配方及性能

NO	配方(%)			抗拉强度 σ (MPa)	流动性 L(mm)	软化点 (℃)	比重 d(g/cm ³)	最大发气 量(ml/g)	灼烧余量 δ (%)	
	树脂 A	石蜡	松香 树脂						700	800
1	0	66	34	0.50	124.0	56	0.990	810	99.8	100
2	10	60	30	0.74	46.8	56	1.176	810	99.8	100
3	20	54	27	1.18	15.6	56	1.105	815	99.8	100
4	30	46	23	1.48	9.5	57	0.965	810	99.8	100
5	40	40	20	1.42	7.5	58	0.995	810	99.8	100

二、浇注试验

我厂选用三缸铝合金进气管做浇注试验,选用的热熔胶配方为:树脂A 25%~30%,石蜡40%~50%,松香树脂20%~25%,增塑剂3%~5%。图4是本热熔胶发气特性曲线。从图4可以看出开始发气量大,到达最高点的时间短,符合消失模铸造要求。采用干砂振动

造型,不抽或抽真空。浇注温度为760~780℃,几十次浇注结果表明,本热熔胶粘接强度高,在涂刷涂料、造型及搬运过程中,模样粘接面无开裂。浇注、清理后观察模样接缝处的铸件表面光滑平整。

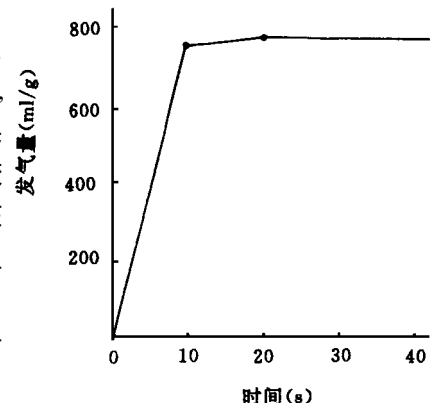


图4 热熔胶发气特性曲线

(编辑: 唐彦斌)

秒表, 并马上将两用瓶移至电炉的低温处, 继续煮沸 (以防温度过高溶液逸出瓶外), 待2m in 后立即取下, 放入冷水中, 冷却后用水稀释至规定的刻度摇匀, 用 \varnothing 12. 5cm 快速干定量滤纸过滤出部分溶液, 用刻度吸管准确移取滤液2m l 于50m l 两用瓶中, 用水稀释至规定的刻度, 用721型分光光度计660nm 波长, 0. 5cm 比色皿, 水为参比测量吸光度, 重复称样测定数次, 求出平均值后绘制检量线。 (2) 旧砂中有效膨润土的测定 用分析天平准确称取经105~ 110 烘至恒重的旧砂, 0. 8000g, 然后按 同法操作, 用测出的吸光度在检量线上查出旧砂中有效膨润土含量的百分数。

二、 结果与讨论

蓝色亚甲基蓝残液的光吸收曲线见图1。图1表明有色溶液对光的吸收是有选择性的, 通常可用光吸收曲线来描述, 在上述吸收曲线 (图1) 的660nm 处有一最高峰, 表示蓝色亚甲基蓝溶液对该波长的光吸收最多, (即最大吸收波长), 在实际工作中通常选用最大吸收波长作为测定波长, 使测定具有最大的灵敏度, 我们选择的波长为660nm。

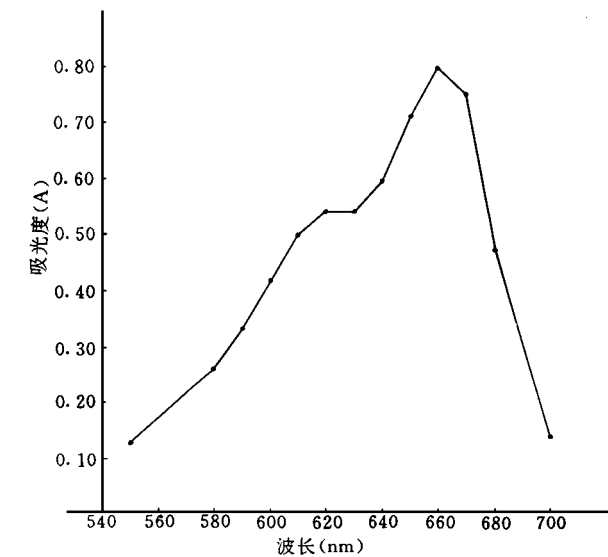


图1 蓝色亚甲基蓝光吸收曲线

膨润土含量6%, 滤液稀释20倍, 0. 5cm 比色皿, 水为参比。
亚甲基蓝在焦磷酸钠及纯水两种介质中煮沸稳定性见表1。

表1 亚甲基蓝在焦磷酸钠及纯水中煮沸稳定性

序 号	1	2	3	4	5	6	7	8	9
膨润土含量 (%)	7. 50			6. 00					
浸润及分散试样所用介质及数量	1% 焦磷酸钠15m l			纯水15m l					
试样加热煮沸时间 (m in)	1	3	5	1	2	2	2	3	5
测得吸光度 (A)	0. 650	0. 520	0. 405	0. 650	0. 650	0. 665	0. 655	0. 660	0. 630

表1中序号1、 2、 3三个样除加1% 焦磷酸钠15m l 煮沸时间不同, 移取滤液5m l 稀释至50m l 用650nm

波长外, 其余完全按上述测定步骤进行。序号4、 5、 6、 7、 8、 9六个样除煮沸时间不同外, 其余按上述测定步骤进行。

ZB/TJ31011-90中规定在试样中加入焦磷酸钠溶液, 并进行煮沸以使试样活化分散, 增加其吸附量。但试验表明, 亚甲基蓝在1% 焦磷酸钠中煮沸时稳定性很差, 随煮沸时间加长, 吸光度迅速变小 (表1), 而亚甲基蓝在纯水中煮沸其稳定性较好, 煮沸时间在1~ 5m in 内吸光度无明显变化, 我们选择纯水煮沸5m in。

试样中原砂、 煤粉等含量对吸光度的影响见表2。

表2 原砂、 煤粉含量对吸光度的影响

试样名称	试样各组分占试样总重 (0. 8000g) 的比例	吸光度 (A)
1号合成标样	膨润土: 0. 0480g (占试样总重6%) 煤 粉: 不加 (占试样总重0) 原 砂: 不加 (占试样总重0)	0. 650
2号合成标样	膨润土: 0. 0480g (占试样总重6%) 煤 粉: 不加 (占试样总重0) 原 砂: 0. 7520g (占试样总重94%)	0. 650
3号合成标样	膨润土: 0. 0480g (占试样总重6%) 煤 粉: 0. 0300g (占试样总重3. 75%) 原 砂: 0. 7220g (占试样总重90. 25%)	0. 650
4号合成标样	膨润土: 0. 0480g (占试样总重6%) 煤 粉: 0. 0800g (占试样总重10%) 原 砂: 0. 6720g (占试样总重84%)	0. 630

表2说明膨润土含量为6% 的湿型砂, 其原砂含量为0~ 94% 对结果不产生影响; 煤粉含量在0~ 3. 75% 对结果无影响, 煤粉含量高达10% 时对亚甲基蓝有一定影响, 使有效膨润土测定结果偏高, 但不超出相对偏差在10% 以内的要求, 故认为有效。

表3 显色液室温放置的稳定性

试样名称	膨润土含量 (%)	立即比色测得吸光度 (A)	室温放置1h 吸光度 (A)	室温放置40h 吸光度 (A)
合成标样	2	0. 825	—	0. 825
合成标样	4	0. 755	0. 760	0. 760
合成标样	6	0. 640	0. 635	0. 630
合成标样	8	0. 555	0. 545	0. 545
合成标样	10	0. 470	0. 465	0. 465
合成标样	12. 5	0. 370	0. 365	0. 362

显色液室温放置时稳定性试验 (表3), 结果说明, 显色液制成后可在室温下稳定40小时无变化。

亚甲基蓝用量试验表明, 亚甲基蓝 (0. 2%) 的用量要适宜。用量太少, 带负电性的粘土胶粒不能被带正电性的亚甲基蓝完全进行电性中和, 溶液中仍有大量粘土胶粒, 过滤时胶粒堵塞滤纸, 使过滤非常缓慢, 且产生漏滤, 使滤液浑浊, 故不理想。若亚甲基蓝加入量太多, 将造成残液颜色太深, 吸光度增大, 使测定误差加大。试验表明湿型砂试样中膨润土含量在

0.0160g~ 0.1000g (对0.8000g 试样而言, 相当于2%~ 12.5% 的膨润土含量) 时, 加入0.2% 亚甲基蓝15ml 已足够, 在这种条件下溶液中粘土胶粒迅速聚沉, 故过滤速度极快 (用 $\varnothing 60\text{mm}$ 短径漏斗, $\varnothing 12.5\text{cm}$ 快速定量滤纸, 一次性注满滤器, 滤液约在40ml 左右), 可在5min 内过滤完毕且滤液不浑浊, 达到了不需要特殊或专用离心分离机或其它设备及仪器, 快速分离的目的, 效果良好。

为使比色测定获得稳定的吸光度数 (一般0.2~ 0.7 之间), 减少测定误差, 依据“朗伯—比耳定律” ($A = \epsilon bc$), 我们选用了亚甲基蓝的最大吸收波长 (660nm) 做为蓝色残液的入射光波, 由于灵敏度高吸光度变得较大, 为此我们选用了光径为0.5cm 的比色皿 (b), 并将残液浓度 (c) 适当变小 (将残液稀释25 倍), 再进行比色, 终使测定的吸光度接近最佳读数范围, 从而减少了测定误差。

取样一定要有代表性, 要均匀, 否则测定误差较大一般是在混砂前从旧砂中取样, 取样方法采用“四分法”。被测定的旧砂中往往夹杂一些大颗粒砂或团状砂块, 取样时应将大块团状物捣碎成散砂, 不要单纯的取粉状样或大块砂样以免测定结果不准确。

取好的样重复测定3次, 求出平均值。三个数值中任何一个数值与平均值相差超过10% 时, 试验需重新进行。

用光度法测定湿型旧砂中有效膨润土含量的结果见表4。

湿型旧砂中有效膨润土检量线见图2。

三、结论

(1) 用分光光度法测定湿型砂中有效膨润土含量、

表4 有效膨润土含量的测定结果

试样名称	97-1-13湿型旧砂					
	第1次	第2次	第3次	第4次	第5次	第6次
测得吸光度(A)	0.415	0.415	0.410	0.395	0.360	0.405
有效膨润土含量(%)	11.05	11.05	11.20	11.50	12.25	11.30
有效膨润土平均值(X%)	11.39					
相对偏差(绝对值%)	2.99	2.99	1.67	0.97	7.55	0.79
精密度要求(绝对值%)	< 10					

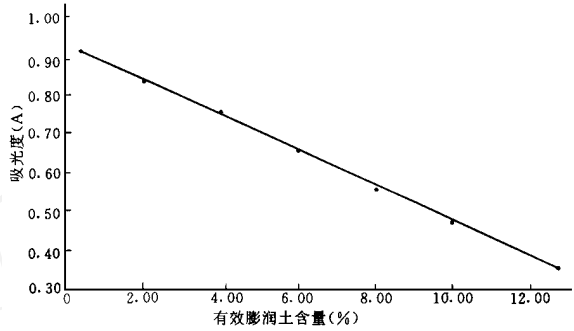


图2 湿型旧砂中有效膨润土检量线

721型分光光度计, 660nm 波长0.5cm 比色皿, 水为参比
方法简便、快速、易于掌握, 不需要特殊设备和仪器, 测定结果稳定可靠。

(2) 试验确定了旧砂中有效膨润土含量在0.0160g~ 0.1000g 时, 适宜的0.2% 亚甲基蓝加入量为15ml

(3) 选择 $\lambda = 660\text{nm}$ 的入射光波, 配合选用最小光径的比色皿 (0.5cm) 和加大残液的稀释倍数 (稀释25 倍) 相结合的方法, 解决了蓝色亚甲基蓝溶液对光的最大吸收 (灵敏度最高) 又兼顾了比色分析中吸光度的较佳读数范围, 减少了测定误差。

(4) 提出用纯水浸润分散试样, 可保持亚甲基蓝热沸下的稳定性。

(编辑: 唐彦斌)

铸造市场

福建省沙县林产化工厂向广大用户提供

生产铸造粘结剂 (合脂) 的原料——浮油沥青

浮油沥青是浮油 (塔尔油) 蒸馏的产品, 主要含有高沸点脂肪酸、松香酸的聚合物和脂类, 用于生产铸造粘结剂 (合脂)、橡胶软化剂、水泥预制隔离剂、黑色印刷油墨及沥青漆等。

我厂浮油沥青技术指标及价格

外 观	酸值 (mg KOH/g)	净货出厂价 (元/t)
黄褐色	55~ 60	1750

我厂产品, 质量可靠, 并代办托运, 欢迎洽购!

厂 址: 福建省沙县城关罗布 邮编: 365500 传真: 0598—5822020 电挂: 6772
厂长: 邓梦祥 电话: 9005696 经营厂长: 陈文伦 电话: 0598—5823969 联系人: 陈晓玲 电话: 0598—5822204