

硅锰合金化学分析方法

本标准适用于硅锰合金中锰硅含量的测定。

本标准遵守GB1.1—87《标准化工作导则，标准编写的基本规定》。

1 硝酸铵—硫酸亚铁容量法测定锰量

1.1 方法提要

试样用硝酸溶解，加硝酸氧化，用固体硝酸铵将锰氧化成三价，以N—苯代邻位氨基苯甲酸为指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液滴定，测得锰量。

1.2 试剂

1.2.1 硝酸铵（固体）。

1.2.2 硝酸（ $\rho 1.42\text{g/ml}$ ）。

1.2.3 磷酸（ $\rho 1.70\text{g/ml}$ ）。

1.2.4 N—苯代邻位氨基苯甲酸溶液（0.2%），称取0.2g试剂溶于100ml碳酸钠溶液（0.2%）中，混匀。

1.2.5 硫酸亚铁铵标准溶液（0.0185N）。

1.3 试样

试样应通过0.125mm筛孔。

1.4 分析步骤

1.4.1 试样量

称取0.1000g试样。

1.4.2 测定

1.4.2.1 将试样（1.4.1）置于300ml锥形瓶中，加磷酸（1.2.3）15ml，加热至大部分试样溶解，滴加3ml硝酸（1.2.2），继续加热至开始冒磷酸白烟，取下锥形瓶，立即加入2—3g硝酸铵（1.2.1），摇动锥形瓶，驱尽氮氧化物，冷却，加入80ml水，摇匀。

1.4.2.2 用硫酸亚铁铵标准溶液（1.2.5），滴定至微红色，滴加2滴N—苯代邻位氨基苯甲酸溶液（1.2.4），摇匀，继续滴定试液由桃红色变为亮黄色即为终点。

1.5 分析结果的计算

按下式计算锰的百分含量:

$$\text{Mn}(\%) = \frac{T \times V}{m_0} \times 100$$

式中: T —硫酸亚铁铵标准溶液相当于锰量, g/ml ;

V —滴定试液时所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积, ml ;

m_0 —试样量, g 。

2 硅钼酸钾容量法测定硅量

2.1 方法提要

试样用硝酸、氢氟酸溶解,在有过量的钾离子存在的强酸性溶液中,使硅生成硅钼酸钾沉淀,洗涤沉淀并中和游离酸后,使沉淀在沸水中水解,产生的氢氟酸,以溴麝香草酚兰做指示剂用氢氧化钠标准溶液滴定,测得硅量。

2.2 试剂

2.2.1 硝酸 ($\text{P} \geq 42\text{g/ml}$)。

2.2.2 氢氟酸 ($\text{P} \geq 15\text{g/ml}$)。

2.2.3 硝酸钾饱和溶液。

2.2.4 无水乙醇。

2.2.5 溴麝香草酚兰溶液 (1%) : 称取 1.0g 溴麝香草酚兰,溶于 100 ml 无水乙醇中,混匀。

2.2.6 氢氧化钠标准溶液 (0.1425N)。

2.3 试样

试样通过 0.125 mm 筛孔。

2.4 分析步骤

2.4.1 试样量

称取 0.1000g 试样。

2.4.2 测定

2.4.2.1 将试样 (2.4.1) 置于 250 ml 塑料烧杯中,加 10 ml 硝酸 (2.2.1),滴加 5 ml 氢氟酸 (2.2.2),轻轻搅动使试样溶解 (如气温较高,必须在冷水浴中进行),赶尽三氧化二氢,加 1.5 ml 水,加 2.0 ml 硝酸钾溶液 (2.2.3),用塑料搅拌棒 3 min,放置 5 min。

2.4.2.2 用快速滤纸和塑料漏斗过滤,用硝酸钾溶液 (2.2.3) 洗涤烧杯和沉淀各 3~4 次,将沉淀和滤液移于 500 ml 干燥的锥形瓶中,加 2.0 ml 无水乙醇 (2.2.4)。

2.4.2.3 移开滤纸,加入 4~5 滴溴麝香草酚兰溶液 (2.2.5) 用氢氧化钠标准溶液 (2.2.6) 滴定至天兰色 (不计消耗体积),加沸水 200 ml,用氢氧化钠标准溶液 (2.2.6) 滴定试液由黄色变为天兰色即为终点。

2.5 分析结果的计算

按下式计算硅百分含量:

$$\text{Si}(\%) = \frac{T \times V}{m_0} \times 100$$

式中: T—氢氧化钠标准溶液相当于硅量, g/ml,

V—滴定试液时所消耗氢氧化钠标准溶液的体积, ml,

m_0 —试样量, g.

3 钼钒钼黄光度法测定磷量

3.1 方法提要

试样用硝酸和氢氟酸溶解, 用高氯酸将亚磷酸全部氧化成正磷酸, 产生的二氧化锆沉淀, 用亚磷酸钠还原, 加明砂消除钒离子的影响, 加入钼酸铵和偏钒酸铵, 形成磷钒钼黄色络合物, 测量其吸光度。

3.2 试剂

3.2.1 硝酸 (p1.42g/ml)。

3.2.2 硝酸 (1+1)。

3.2.3 氢氟酸 (p1.15g/ml)。

3.2.4 高氯酸 (p1.75g/ml)。

3.2.5 亚磷酸钠溶液 (30%)。

3.2.6 明砂饱和溶液。

3.2.7 钼酸铵溶液 (5%)。

3.2.8 偏钒酸铵溶液 (0.3%) : 每100 ml溶液中含3 ml硝酸 (3.2.1)。

3.3 试样

试样应通过0.125 mm筛孔。

3.4 分析步骤

3.4.1 试样量

称取0.4000g试样。

3.4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

3.4.3 测定

3.4.3.1 将试样 (3.4.1) 置于100 ml烧杯中, 加6 ml硝酸 (3.2.1), 再滴加10滴氢氟酸 (3.2.3), 待剧烈反应停止后, 加入5 ml高氯酸 (3.2.4), 加热溶解, 盖上表面皿, 蒸发至冒高氯酸白烟, 溶液近干, 取下, 加8 ml硝酸 (3.2.2), 滴加5—6滴亚磷酸钠溶液 (3.2.5), 加热至二氧化锆沉淀溶解, 并驱尽氟氧化物, 取下。

3.4.3.2 加入10 ml明砂溶液 (3.2.6), 用定性滤纸过滤, 滤液收集于100 ml容量瓶中。用水洗涤烧杯及滤纸各3~4次。

3.4.3.3 加入10 ml钼酸铵溶液 (3.2.7), 控制温度35℃, 加入10 ml偏钒酸铵溶液 (3.2.8), 用水稀释至刻度, 混匀。

304

3.4.3.4 以水作参比液，用2cm比色皿，在分光光度上，于420nm处测量其吸光度，减去随同试样空白吸光度，从工作曲线上查得相应的砷量。

3.5 工作曲线的绘制

用3个以上含砷量不同的砷铋合金标样，按(3.4.1)至(3.4.3)步骤进行操作，测量其吸光度，以砷量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

3.6 分析结果的计算

按下式计算砷的百分含量：

$$P(\%) = \frac{m_1}{m_0}$$

式中： m_1 —从工作曲线上查得的砷量，g；

m_0 —试样量，g。