

高硅铝合金中硅锰铜铁的联合测定

冯立颖

(卢卡斯伟力达磨重制动器有限公司, 廊坊 065000)

冯宝华

(中石油管道科学研究院, 廊坊 065000)

采用测定铝的母液, 直接测定铝合金中硅、锰、铁、铜的含量, 不再单独溶样。从而使试验成本降低。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

721 型分光光度计。

钼酸铵溶液: $50\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$; 草酸铵溶液: $30\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$; 硫酸亚铁铵溶液: $60\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$; 过硫酸铵溶液: $200\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$; 硫氰酸钠溶液: $200\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$; 柠檬酸铵溶液: $500\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

硫磷硝混合酸: 硫酸 30mL, 磷酸 30mL, 硝酸 60mL, 硝酸银 2g, 用水稀至 1L。

阿拉伯树胶溶液: $10\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$, 称取阿拉树胶 10g, 溶于 500mL 热水中煮沸, 冷却至室温。

铜试剂: $2\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$, 称二乙胺硫代甲酸钠 2g, 溶解于水中并稀释至 1L。

1.2 溶液的制备

试样用氢氧化钠、过氧化氢溶解, 硅和铝溶解分别生成硅酸钠、铝酸钠。硅含量高时, 常以单质或化合物状态存在, 故需加适量过氧化氢并加热成浆状, 才能使硅完全转化成硅酸钠。铜、锰、铁转化为氢氧化物及其沉淀, 加入热硝酸溶液可使沉淀溶解。此时铝酸钠及其金属氢氧化物成为可溶于水的硝酸盐, 硅酸钠成为可溶性的硅酸胶体, 因其不稳定, 故必须加入热稀硝酸溶液使其溶解。同时促使铝酸钠转化成可溶性的硝酸铝。由于二氧化锰不溶于硝酸, 故加亚硫酸钠还原, 促其溶解。

称取试样及含量相近(尽量兼顾与硅、锰、铁、铜的含量都相近)的标样各 0.1g 分别置于银或镍坩埚(也可用聚四氟乙烯塑料杯代替)中, 加氢氧化钠 4g, 再加水 10mL, 放置片刻。滴加过氧化氢数滴(5~6 滴), 加热溶解, 蒸发至浆状使硅化物等氧化完全, 稍冷。用水冲洗皿盖及杯壁至 30mL 左右, 加热溶解其盐类, 冷却。在另一只 250mL 锥形瓶中, 加硝酸(1+1) 34mL, 热至近沸, 将冷却后的碱液小心倾入酸液中, 用稀硫酸和水将碱液洗净一并倒入酸液中, 加尿素(固体)或无水亚硫酸钠(固体)少许, 煮沸, 除尽氮的氧化物, 使盐类全部溶解, 流水冷却, 稀释至 100mL。

1.3 测定方法

1.3.1 硅的测定——钼蓝比色法

在微酸性溶液中, 加入钼酸铵使硅酸根离子与钼酸根离子络合生成硅钼络离子在草酸的存在下, 用亚铁离子使硅钼络离子还原成钼蓝。适用范围为含硅量 10% 左右的铝合金。

分别吸取标样溶液及试样溶液各 2mL, 加水 8mL, 再加钼酸铵溶液 5mL, 水浴煮沸 30s, 取出流水冷却至室温, 加硫酸(1+3) 20mL, 草酸铵溶液 20mL, 立即加入硫酸亚铁铵溶液 10mL, 稀释至 100mL。与此同时, 按同样操作方法用空白溶液作试剂空白, 在 660nm 波长处, 用 0.5 或 1cm 比色皿, 比色, 测定吸光度。按比例法计算试样中硅的质量分数。

1.3.2 锰的测定——高锰酸比色法

在硫、磷、硝混合酸的热溶液中, 在硝酸银的存在下, 用过硫酸铵将二价锰氧化成高锰酸(紫红色)。适用范围为含锰量 1% 以内的铝合金。

分别吸取标样溶液和试样溶液各 20mL, 加混合酸 20mL, 加过硫酸铵 10mL, 加热煮沸 2min, 流水冷却至室温, 稀释至 50 或 100mL(根据试样含锰量高低确定稀释的倍数)。将显色液倒入 2cm 比色皿中, 于剩余溶液中滴加 EDTA 溶液使高锰酸的紫红色褪去, 倒入另一只同样厚度的比色皿中作空白溶液, 在 530nm 波

长处,测定吸光度,按比例法计算试样中锰的质量分数。

1.3.3 铁的测定——硫氰酸盐比色法

在稀酸性溶液中,三价铁离子与硫氰酸根离子生成红色络合物。适用范围为含铁量 2% 以内的铝合金。

分别吸取标样溶液和试样溶液各 20mL,加硝酸(1+1) 2mL,补充水 50mL,加硫氰酸钠 5mL,稀释至 100mL。以水作空白,在 500nm 波长处,用 2cm 比色皿测定吸光度。按比例法计算试样中铁的质量分数。

1.3.4 铜的测定——铜试剂比色法

在含有保护胶的氨性溶液中,使铜离子与铜试剂作用生成二乙胺硫代甲酸钠的黄色络合物。在柠檬酸的存在下,一些干扰离子生成不溶于氨水的黄绿色沉淀干扰铜的测定。加 EDTA 溶液即可消除。适用范围为含铜量 4% 以内的铝合金。分别吸取标样溶液和试样溶液各 5mL,依次加入柠檬酸铵溶液 10mL,氨水 6~8mL,阿拉伯树胶溶液 10mL,铜试剂 10mL,稀至 100mL。以水作空白,用 2cm 比色皿,在 470nm 波长处,测定吸光度。按比例法计算试样中铜的质量分数。

2 结果与讨论

2.1 分析结果

按试验方法对标准样品进行分析,结果见表 1。

表 1 样品分析结果

样品号	已知值				测定值				w/%
	Si	Mn	Cu	Fe	Si	Mn	Cu	Fe	
1	10.90	0.35	2.44	0.76	10.79	0.36	2.38	0.72	
2	10.61	0.574	1.41	0.43	10.61	0.56	1.45	0.43	
3	9.74	0.33	1.53	0.25	9.82	0.32	1.57	0.27	
4	11.70	0.446	1.71	0.39	11.58	0.446	1.71	0.42	

2.2 注意事项

- (1) 溶样时加过氧化氢要适量,并蒸发至浆状,以保证硅氧化完全。
- (2) 酸化时碱液应当冷却后再倾入热酸中,且倾入时要不断搅拌,并注意勿使碱液接触玻璃。
- (3) 试样溶液不宜搁置 1 天以上,以免有部分硅酸析出。

(上接第 171 页)

表 1 标样中氧化钾和氧化钠测定结果对比

标样号	标准值 w/%	本法测定值 w/%			平均值 w/%
GBW03101(83003)	1.106	1.100	1.120	1.104	1.108
GBW03102(83005)	1.144	1.140	1.147	1.136	1.141
GBW03101A(92009)	0.850	0.830	0.826	0.828	0.828
GBW03102A(92010)	3.700	3.660	3.600	3.630	3.630

- (3) 由于试样中含钾、钠较低,所以要特别注意瓷器皿的清洁。

参考文献:

- [1] 陈寿椿编.重要无机化学反应[M].上海:上海科学技术出版社,1963.
- [2] 洛阳耐火材料研究所编.耐火材料化学分析[M].北京:冶金工业出版社.