

文章编号:1000-7571(2004)增-0309-02

硅钼蓝光度法快速测定钼铁、钒铁中硅含量

杨 玲

(攀钢集团长钢股份公司第三钢厂,四川江油 621704)

摘 要:研究了用硅钼蓝比色法测定钼铁、钒铁的硅含量。比较了不同比例的硝酸,盐酸混合酸(H=4M)溶样对测定结果的影响。结果表明,对于硅质量分数小于 2.00 % 样品,所测结果准确度高。

关键词:钼铁;钒铁;硅钼蓝光度法;硅

中图分类号: O657.32 **文献标识码:** B

硅是钼铁,钒铁的常测元素之一,为配合快速生产,一般采用硅钼蓝光度法。此法以往所用的稀硝酸(1+3)对试样溶解不完全,影响测定结果。故本文特地实验了几种比例混酸,以求找到较理想的溶样酸,提高测定准确度,适应生产需要。

1 实验部分

1.1 主要仪器和试剂

722 型分光光度计;水浴恒温箱

盐酸: ρ 约 1.19 g/mL;硝酸: ρ 约 1.42 g/mL;硝酸+盐酸+水=1+1+5(混酸 1);硝酸+盐酸+水=1+2+7(混酸 2);硝酸+盐酸+水=1+4+11(混酸 3);钼酸铵:50g/L;草酸:50g/L;硫酸亚铁铵:60g/L,称硫酸亚铁铵 160.0 g 溶于 300 0 mL 水中,加 5.00 mL 硫酸(1+1)。

1.2 实验方法

准确称取试样 0.2 g 和 0.4 g 各两份于 250 mL 广口烧杯中,加入 40 mL 混酸,低温加热,待试样完全溶解后,冷却至室温,用水稀释至 100 mL,摇匀,得母液。

显色液:分取 5.00 mL 于 50.00 mL 容量瓶中,准确加入 5.00 mL 钼酸铵溶液,摇匀,加入 5.00 mL 水,摇匀,在 30℃ 放置 15 min,取出,加入 10.00 mL 草酸溶液,5.00 mL 硫酸亚铁铵,稀释至刻度。

参比液:分取 5.00 mL 于 50.00 mL 容量瓶中,加入 10.00 mL 草酸,摇匀,加入 5.00 mL 钼酸铵溶液,摇匀,加入 5.00 mL 硫酸亚铁铵溶液,稀释至刻度。

于 722 型分光光度计上选取波长为 730 nm,以 1 cm 比色皿,相应参比液为参比,测其吸光度,设为 y 。

1.3 测定和求解分析函数关系式

设 w_{Si} % 为硅的质量分数,且 $(G \times Si\%) = x$,按最小二乘法,求出 $y = f(x)$ 线性回归函数,其反函数为 $x = f(y)$,有 $w_{Si}\% = f(y)/G$

2 结果和讨论

(1)将称取的试样分别加入混酸 1,混酸 2,混酸 3,按上述方法操作,所得数据见表 1,表 2,表 3。

(2)分别称取钼铁,钒铁试样 0.2 g 和 0.1 g,按上述方法操作,结果见表 4,表 5。

表 1 混酸 1 溶样后硅的测定结果 $w/\%$

样 品	G(g)	y	标准值	测定值
GBW01423 Mo-Fe	0.202 5	0.130	0.23	0.236
GBW01423 Mo-Fe	0.204 0	0.140	0.23	0.249
GBW01423 Mo-Fe	0.444 8	0.144	0.23	0.212
GBW01423 Mo-Fe	0.446 1	0.174	0.23	0.248
第 3 号	0.201 7	0.188	0.32	0.323
第 3 号	0.201 8	0.195	0.32	0.333
第 3 号	0.442 4	0.21	0.32	0.296
第 3 号	0.446 4	0.206	0.32	0.286
BH0314-4 Mo-Fe	0.203 8	0.288	0.45	0.466
BH0314-4 Mo-Fe	0.202 9	0.260	0.45	0.427
BH0314-4 Mo-Fe	0.444 5	0.357	0.45	0.473
BH0314-4 Mo-Fe	0.441 1	0.339	0.45	0.457

表 2 混酸 2 溶样后的硅测定结果 $w/\%$

样 品	G(g)	y	标准值	测定值
GBW01423 Mo-Fe	0.203 7	0.135	0.23	0.237
GBW01423 Mo-Fe	0.203 8	0.121	0.23	0.241
GBW01423 Mo-Fe	0.444 4	0.155	0.23	0.233
GBW01423 Mo-Fe	0.443 8	0.142	0.23	0.212
第 3 号	0.202 2	0.196	0.32	0.319
第 3 号	0.204 7	0.185	0.32	0.332
第 3 号	0.443 0	0.223	0.32	0.303
第 3 号	0.445 0	0.226	0.32	0.304
BH0314-4 Mo-Fe	0.202 3	0.276	0.45	0.459
BH0314-4 Mo-Fe	0.205 3	0.268	0.45	0.469
BH0314-4 Mo-Fe	0.443 8	0.324	0.45	0.439
BH0314-4 Mo-Fe	0.442 8	0.338	0.45	0.459

表 3 混酸 3 溶样后硅的测定结果 $w/\%$

样品	G(g)	y	标准值	测定值
GBW01423 Mo-Fe	0.206 9	0.182	0.23	0.245
GBW01423 Mo-Fe	0.201 5	0.185	0.23	0.224
GBW01423 Mo-Fe	0.444 3	0.213	0.23	0.229
GBW01423 Mo-Fe	0.444 2	0.214	0.23	0.213
第 3 号	0.203 3	0.259	0.32	0.339
第 3 号	0.201 6	0.255	0.32	0.318
第 3 号	0.422 7	0.296	0.32	0.316
第 3 号	0.447 1	0.301	0.32	0.317
BH0314-4 Mo-Fe	0.203 5	0.378	0.45	0.459
BH0314-4 Mo-Fe	0.204 0	0.376	0.45	0.441
BH0314-4 Mo-Fe	0.443 6	0.452	0.45	0.441
BH0314-4 Mo-Fe	0.442 1	0.452	0.45	0.461

表 4 钼铁试样测定数据 $w/\%$

样品	G(g)	A	标准值	测定值
2004-1-273 钼铁	0.203 9	0.689		1.159
2004-1-273 钼铁	0.206 3	0.687		1.158
2004-1-269 钼铁	0.203 3	1.004		1.583
2004-1-269 钼铁	0.203 0	1.003		1.586
BH0314-4 钼铁	0.202 4	0.388	0.45	0.448
BH0314-4 钼铁	0.201 4	0.387	0.45	0.451

表 5 钒铁试样测定数据 $w/\%$

样品	G(g)	A	标准值	测定值
1# 钒铁	0.100 7	0.267		0.568
1# 钒铁	0.100 5	0.253		0.566
2# 钒铁	0.100 52	0.292		0.639
2# 钒铁	0.101 2	0.282		0.631
GSB42005-92 钒铁	0.101 7	0.360	0.81	0.80
GSB42005-92 钒铁	0.101 1	0.358	0.81	0.81
GSB42004-92 钒铁	0.101 0	0.784	1.83	1.82
GSB42004-92 钒铁	0.100 3	0.781	1.83	1.84

3 结论

(1)从表 1 至表 3 可知,在相同酸度下($[H] = 4M$),无论采取何种比例的硝酸和盐酸混合,测得结果的准确度和重现性均较好。因此,加适量比例的盐酸溶样较完全。

(2)由表 4,表 5 可知,本方法对硅含量小于 2.00% 的钼铁和钒铁,测量的重现性和线性关系较好,因此,对钼铁,钒铁测硅,可用本方法快速测定。

Rapid determination of silicon content in ferromolybdenum and ferrovanadium by silico-molybdenum blue spectrophotometry

YANG Ling

(The Third Factory of Changcheng Special Steel Co. Ltd., Jiangyou 621704, China)

Abstract: The thesis experiment with oxalic acid ferrousulfate molybdosilicate blue complex photometric method on the silicon content of ferromolybdenum and ferrovanadium was studied. The experiment compared under the $H = 4M$, the condition of ferromolybdenum dissolved by different proportion of the mixture of hydrochloric and nitric. The result proved that the accuracy is accurate if the silicon content of ferromolybdenum is under 2.00%.

Key words: ferromolybdenum; oxalic acid - ferrousulfate molybdosilicate blue complex photometric; silicon