

硫氰酸盐差示光度法快速测定钼铁中钼

王 隼

(大连大起集团有限责任公司 理化室, 大连 116022)

中图分类号: O657.3 文献标识码: B 文章编号: 1001-4020(2001)07-0331-01

氯化亚锡-硫氰酸盐光度法测定钢中较低含量的钼($w_{Mo} < 2.00\%$)具有高度的准确性和稳定性^[1],但用该法测定钼铁中高含量的钼($w_{Mo} > 50\%$ 以上),到目前为止还未见报道。本试验根据该基本原理,采用差示光度法,通过正交试验对测试条件进行了一系列的探索,得到了理想的结果。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

724 分光光度计

铁溶液: $20\text{mg} \cdot \text{ml}^{-1}$, 称取工业纯铁 ($w_{Mo} < 0.005\%$) 2.0g 于 200ml 烧杯中,加硫酸(1+5) 40ml,加热溶解,滴加硝酸破坏碳化物,加热至冒硫酸烟。取下冷却,加水 20ml,加热溶解盐类,冷至室温,移至 100ml 容量瓶中,定容混匀。

氯化亚锡溶液: $100\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$, 20g 氯化亚锡溶于热浓盐酸 20ml,稀释至 200ml。

混合显色剂: 500ml 水中,加入浓硫酸 40ml, 浓高氯酸 35ml, 冷却后加入 $100\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ 氯化亚锡溶液 200ml, 硫氰酸钠 20g, 全部溶解后定容至 1L, 摇匀。

1.2 试验步骤

称取研细的钼铁试样 0.0500g 于 150ml 烧杯中,加入硫酸(1+1) 10ml, 浓硝酸 1.0ml, 中火加热溶解。待试样完全溶解后,继续加热冒硫酸烟,除去氯化物。取下冷却后,加水 20ml,加热溶解盐类。冷却后准确转移至 250ml 容量瓶中,定容摇匀。

吸取母液 5.00ml 于 100ml 容量瓶中,加铁溶液 2.5ml,用混合显色剂稀释至刻度(边加边摇),在常温下放置 15~25min。

取相当于含钼 w_{Mo} 35.00% 的钼标准溶液作参比液同显色液操作。

于波长 460nm 处,用 1cm 比色皿,以参比液为

参比测定吸光度。用钼铁标准试样,同试验步骤操作。

2 结果与讨论

2.1 铁溶液的作用及用量^[2]

氯化亚锡将钼还原为五价后,有继续还原成三价钼的趋势。三价铁可抑制这种趋势。铁溶液用量在 2.0~3.0ml 时,吸光度和稳定性基本不变。本试验取铁溶液 2.5ml 作为补充液。

2.2 硫酸用量的影响

取钼标准溶液 5.00ml 为显色液,钼标准溶液 3.00ml 为参比液,在显色液中分别加入硫酸(1+1) 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 和 10.0ml。结果表明,加入硫酸(1+1) 10.0ml 的吸光度明显降低,其余吸光度相差不多。本试验中硫酸用量约在 7.0ml 左右。

2.3 氯化亚锡溶液用量

氯化亚锡要现用现配。在测定条件下, $100\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ 氯化亚锡溶液用量在 15~25ml 时,吸光度的稳定性在 1.5h 内不变,用量达 30ml 以上时,吸光度下降。本试验取 18.5ml 为还原剂量。

2.4 高氯酸的作用和用量^[2]

适量的高氯酸,可抑制氯化亚锡继续将钼还原为不参加显色反应的三价钼,在测定条件下,高氯酸溶液达 3.0ml 时,其吸光度和稳定性不变,取 3.2ml 高氯酸溶液作为稳定剂。

2.5 硫氰酸钠的用量

显色液用量增加,吸光度有所上升。但当硫氰酸钠用量达 2.5g 以上时,吸光度明显下降。本试验采用 1.85g 为显色剂的用量。

2.6 发色温度及稳定性

本试验在 15~25℃ 下操作,发色 15~25min 左右吸光度达到稳定,并保持 1.0~1.5h 内不发生变化。本方法对含钼量为 50%~66% 钼铁进行测定,测定结果见表 1。

计); K^+ 、 Ca^{2+} (3000), Na^+ (2000), Mg^{2+} (40), Al^{3+} (30), Zn^{2+} (50), Pb^{2+} (500), Cl^- (1000), NO_3^- 、 OAc^- (1500) 不干扰测定。

3.4 精密度

按试验方法测定 $2.5 \mu g \cdot ml^{-1}$ 标准, 平行 8 次测定结果的相对标准偏差为 0.7%, 符合精密度要求。

3.5 线性回归方程等相关指标测定

按试验方法进行的操作, 测定结果表明, 铜的回归方程为 $A=0.001+2.832 \times 10^5 bc$, $r=0.9999$, 线性范围 $0 \sim 2.0 \mu g \cdot ml^{-1}$, $\epsilon'_{520,Cu} = 2.832 \times 10^5 L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$, $\epsilon''_{520,Cu} = 2.78 \times 10^5 L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$ 。铁的回归方程为 $A=0.001+2.777 \times 10^5 bc$, $r=0.9999$, 线性范围 $0 \sim 5.0 \mu g \cdot ml^{-1}$, $\epsilon'_{520,Fe} = 2.777 \times 10^5 L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$, $\epsilon''_{520,Fe} = 2.72 \times 10^5 L$

$\cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$ 。

3.6 样品分析

3.6.1 茶叶的预处理

称取样品 2.0000g 于石英杯, 加入硝酸 10ml, 放置片刻, 小火缓慢加热, 放冷, 加硫酸 1ml, 再加热至瓶中开始变成棕色时, 不断沿壁加硝酸, 至有机物分解完全, 加大火力, 至产生白烟, 瓶口白烟冒净后, 瓶内液体为澄清无色或微带黄色的溶液, 放冷(操作过程中防爆炸、爆沸), 加水 20ml 煮沸, 除残余硝酸(重复两次), 放冷, 加水定容至 25ml。

3.6.2 样品测定及加标回收试验

在 25ml 比色管中, 加入处理后的茶叶样品液 1.0ml, 按试验方法测定。将所测吸光度代入联立方程(1)、(2), 即可求出样品中铜和铁的含量。测定结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

样品	加入量($m/\mu g$)		测定值($m/\mu g$)		测定总量($m/\mu g$)		回收率(%)	
	Cu	Fe	Cu	Fe	Cu	Fe	Cu	Fe
龙都毛峰	1.30	2.50	1.31	2.45	2.74	4.96	110.0	100.4
成都花茶(一级)	1.40	2.50	1.40	2.50	2.77	4.99	97.8	99.6
成都花茶(三级)	1.30	4.60	1.34	4.55	2.64	9.08	100.0	98.4

参考文献:

- [1] 林建明. 茶叶中多元素化学形态的同时分析[J]. 分析试验室, 1994, 13(3), 6.
- [2] 杨季良. 罗丹明 B-硫酸钾分光光度法测定微量铜

[J]. 分析试验室, 1990, 9(1), 69.

- [3] 范华均, 李大维. 茶汤及河水中铁的形态分析[J]. 分析试验室, 1995, 14(6), 34.
- [4] 赵燕萍, 周性尧, 张悟铭, 等. 仪器分析[M]. 北京: 高等教育出版社, 1990. 73~74.

(上接第 330 页)

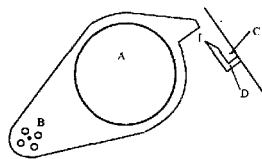


图 3 快门结构原理示意图

A—快门铅板 B—铅板托架
C—定位点 D—快门托架

对快门部位进行维护维修, 保证仪器正常运行。

感谢乌津公司武汉维修站维修工程师高潮先生

参考文献:

- [1] SXF-1200BF 光谱仪使用说明书[Z].

(上接第 331 页)

表 1 标准样品测定结果

标样	Mo $w(\%)$	测定值 $w(\%)$	误差 (%)
BH0314-1	57.82	57.77	+0.05
BH0314-4	63.32	63.48	+0.16
GBW01423	66.40	66.29	-0.11

线性相关系数 $r=0.999$ (国家标准允许误差为 0.50%)。

参考文献:

- [1] 陈晶伟. 黑色金属化学分析方法选编[M]. 长沙: 湖南冶金编辑部, 1988. 76~78.
- [2] 戎关键. 钢铁和合金的化学分析方法问答与讨论[M]. 北京: 冶金分析编辑部, 1992. 60~61.