

硅钼蓝光度法测定铬铁中的硅

刘 超 张 艳

(马鞍山钢铁股份有限公司)

摘 要 研究了硅钼蓝的形成条件及其分析特性,三价铬的干扰及消除方法,确定了硅钼蓝光度法测定铬铁中硅的分析方法。方法简便快速,结果令人满意。

关键词 铬铁 硅 硅钼蓝 光度测定

PHOTOMETRIC DETERMINATION OF SILICON IN FERROCHROME WITH SILICOMOLYBDIC BLUE

LIU Chao ZHANG Yan

(Maanshan Iron and Steel Co., Ltd.)

ABSTRACT The requirements of formation of silicomolybdic blue and its analysis feature were studied. The interference of Cr(III) and the removal of Cr(III) were studied. A method for measuring silicon in ferrochrome was established, which is simple and rapid with satisfactory results.

KEY WORDS ferrochrome, Silicon, Silicomolybdic blue, photometric analysis

铬铁中硅的测定目前主要采用重量法或容量法测定,也有采用硅钼蓝光度法的。前二种方法操作复杂,测定时间长;现在采用的光度法操作虽简便,但准确度差。Strickland^[1]指出存在 α 、 β 两种形式的硅钼酸,还原后相应地形成 α 型硅钼蓝和 β 型硅钼蓝。 β 型硅钼酸不稳定,在溶液中将会自发地转变成稳定的 α 型硅钼酸。因而,如何控制反应条件,使显色时硅钼蓝都以稳定的 α 型硅钼蓝存在,是提高方法准确度的关键。此外,三价铬的水合离子在溶液中硅钼蓝的测定波长下有较强的吸收,对测定产生干扰,是影响测定准确度的原因之一。本文在文献^[2~5]的基础上,进一步研究了在大量铬离子存在的条件下,硅钼蓝的形成条件、分析特性及光度法测定铬铁中硅含量的操作方法。

1 实验部分

1.1 主要试剂和仪器

过氧化钠:AR;硫酸:(1+1);硫酸:(1+7);盐酸:(1+1);盐酸:(1+17);硝酸:(1+1);钼酸铵溶

液:(2.2%);硫酸亚铁溶液:(0.6%;用1+7硫酸配制);抗坏血酸-草酸溶液:(0.5%+0.5%);7230型分光光度计。

1.2 实验方法

分取2 mL溶液于100 mL容量瓶中,加入25 mL 1.1%钼酸铵溶液;静置8 min后,加入25 mL 0.6%硫酸亚铁溶液;静置8 min后,加入25 mL(0.5%+0.5%)抗坏血酸-草酸溶液,定容后摇匀。

于7230型分光光度计,1 cm比色皿,812 nm处测定其吸光度。

2 结果与讨论

2.1 硅钼蓝形成条件及其分析特性

(1) 实验结果表明在硝酸、硫酸、盐酸介质中形成硅钼酸、硅钼蓝的有关实验条件近似。对大部分分析样品来说,硝酸、盐酸介质是较理想的介质,但对铬铁样品,在硫酸介质中三价铬离子的影响最小,是最佳的介质。有关试验的结果见表1及图1。

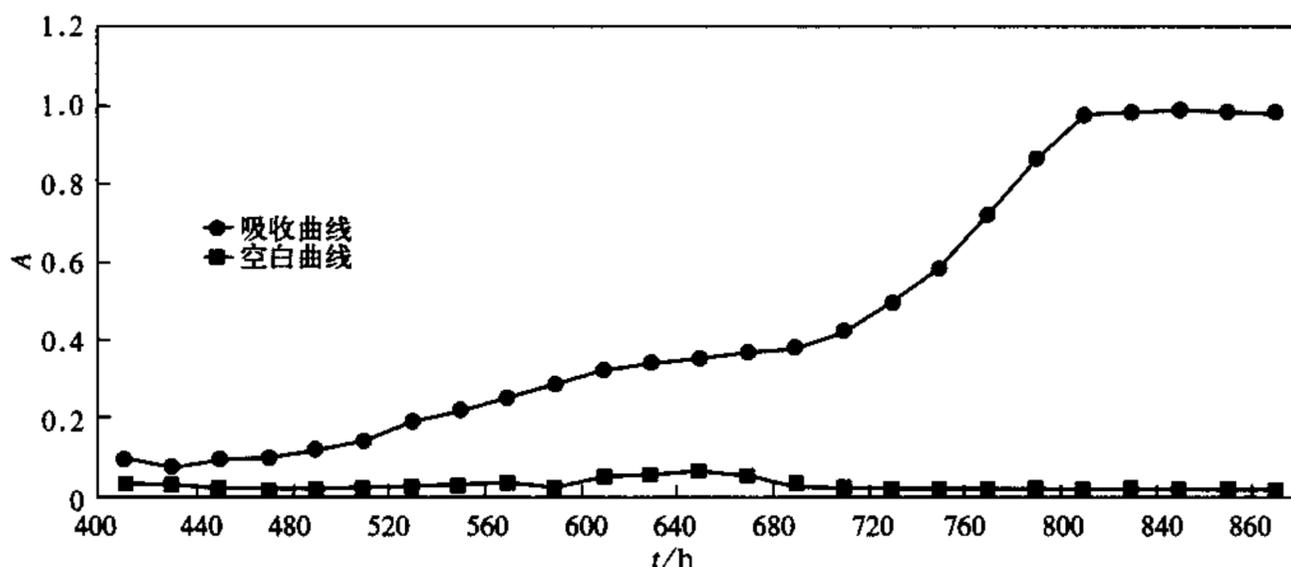


图1 硫酸介质中硅钼蓝及空白的吸收曲线

表1 不同酸介质三价铬离子的影响

项目	硝酸介质	盐酸介质	硫酸介质
空白吸光度	0.012	0.015	0.012
参比吸光度	0.057	0.079	0.015
发色液吸光度	0.836	0.840	0.820
净吸光度	0.779	0.761	0.805

(2) 硅钼蓝形成的适宜酸度随钼酸铵浓度而变化,如图2所示。当酸度、钼酸铵浓度处于图2中两曲线之间的范围内可获得最大且恒定的吸光度值。

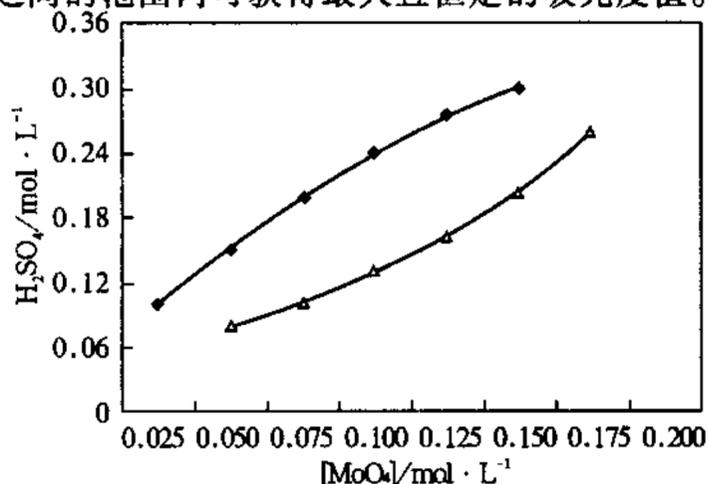


图2 酸度、钼酸铵浓度对硅钼蓝形成的影响

(3) 硅钼酸的显色速度与酸度、钼酸铵浓度的关系如图3所示。图3中 t 表示达到最大吸光度值所需的时间。

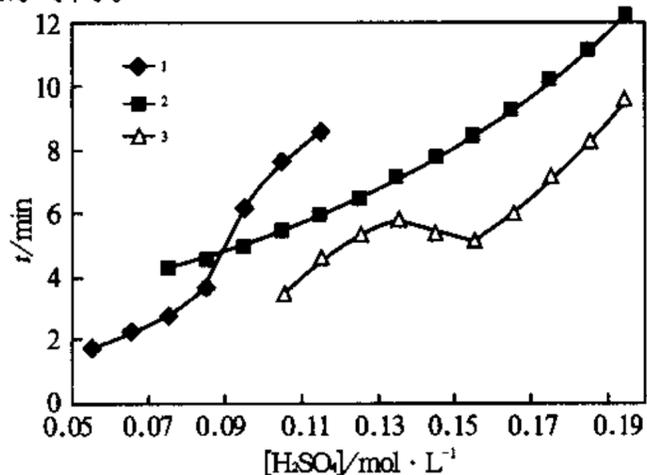


图3 酸度、钼酸铵浓度对硅钼蓝显色速度的影响
钼酸铵浓度(mol/L):1,2,3分别为0.6,1.0,1.2

(4) 硅钼蓝吸光度稳定时间与酸度、钼酸铵浓度的关系如图4、图5所示;与温度的关系如图6所示。

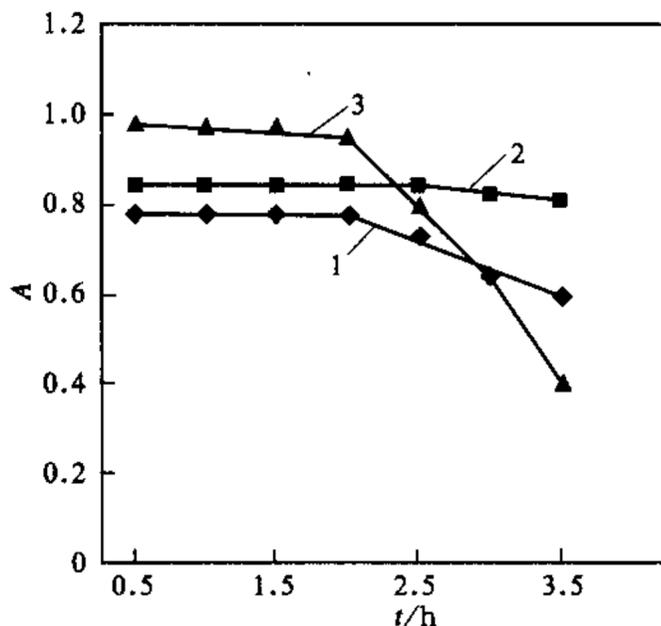


图4 酸度对硅钼蓝吸光度稳定时间的影响
硫酸浓度(mol/L):1,2,3分别为0.1,0.2,0.3

(5) 试验了各种阴、阳离子的干扰情况,一般都无干扰或可以消除。磷的干扰可用草酸掩蔽,铁与铬离子在一定浓度范围内变化时吸光度变化不大,可使用参比液消除其干扰。

2.2 硅的光度测定方法

根据以上试验结果,可以认为用实验方法中所确定的操作步骤测定铬铁中的硅含量是适宜的。使用7230型分光光度计,812 nm波长,1 cm比色皿,工作曲线线性范围为0~0.30 mg/100 mL,硅钼蓝的摩尔吸光系数为 1.44×10^5 。

2.3 样品的分解与试液的制备

称取0.5000 g铬铁标样于30 mL铁坩埚中,加入5 g过氧化钠,搅拌均匀后,再覆盖1 g过氧化钠。在750 °C马弗炉中,于炉口处烤黄至融化后,摇匀、移入高温区,熔融5~7 min,取出冷却。将坩埚置

于400 mL烧杯中,加入100 mL水加热浸出融块,洗出坩埚。小心加入40 mL(1+1)硫酸,煮沸1 min除去过氧化氢。冷却后定容至250 mL容量瓶。

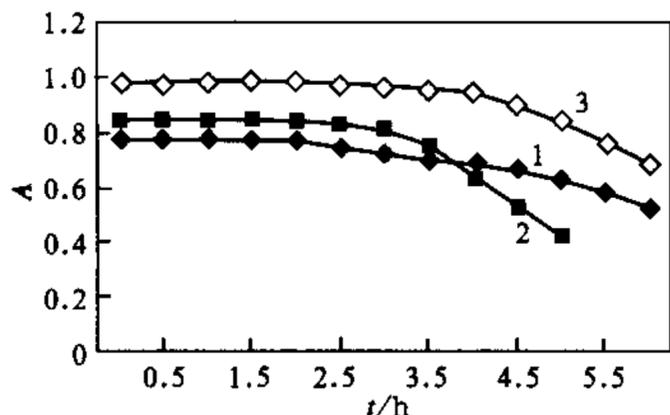


图 5 钼酸铵浓度对硅钼蓝吸光度稳定时间的影响
钼酸铵浓度(mol/L):1,2,3 分别为 0.6,1.0,1.2

3 样品分析

选取一些铬铁标样,按实验方法进行测定结果

见表 2。

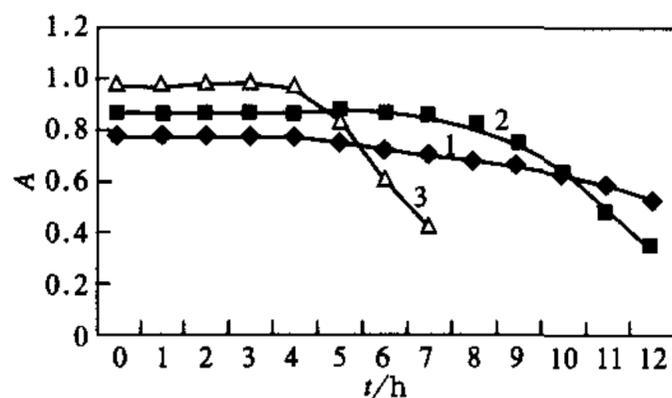


图 6 温度对硅钼蓝吸光度稳定时间的影响
温度(°C):1,2,3 分别为 20,25,30

表 2 测定结果

标样编号	标准值/%	测定次数	平均值/%	RSD/%
BH0310-4	3.89	9	3.91	1.89
GBW01424	1.29	7	1.29	3.15
BH0130-1	0.43	8	0.42	4.65

参 考 文 献

- 1 Strickland J D H .J. Am. Chem. Soc. ,1952,74:862.
- 2 陈光荣.内蒙古大学学报(自然科学版),1980,11:39.
- 3 陈光荣.冶金分析,1995,5:13.
- 4 Swank H W. Ind. Eng. Chem. , Anal. Ed. ,1934,6:348.
- 5 Langmyhr F J. Chem. Acta,1959,21:334.