

硅钙合金中钙、铝的联合测定

秦玲玲 陶 蕊 刘 研

(石家庄钢铁有限责任公司,石家庄 050031)

摘要 硅钙合金用硝酸、氢氟酸溶解后,加入高氯酸并加热至冒烟以驱除氟,然后定容。移取两份样品溶液,一份中加入三乙醇胺溶液掩蔽铁、铝等干扰离子,再加入氢氧化钾溶液,使 pH=12,用 EDTA 容量法测定钙。另一份中加入铁标准溶液、混合显色液(Zn - EDTA 与络天青 S 的混合溶液)及六次甲基四胺缓冲溶液,用光度法测定铝。方法简便,结果准确、可靠。

关键词 硅钙合金 钙 铝 测定

硅钙合金中的钙和铝与氧的亲和力很大,其脱氧产物呈球状,颗粒较大,容易上浮,并且钙与硫能形成稳定的硫化钙化合物,不溶于钢水。因此,硅钙合金是冶炼优质钢和特种合金时通常采用的脱氧剂和脱硫剂。目前,测定钙、铝多采取分别分析的方法^[1,2],而且测铝时需要进行分离过滤,不能满足快速分析的需要。笔者分别采用容量法和光度法联合测定了硅钙合金中的钙、铝,分析速度快,结果准确、可靠。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

分光光度计:721 - 16C14 型,上海精密科学仪器有限公司;

盐酸溶液:1 + 1;

三乙醇胺溶液:1 + 1;

氢氧化钾溶液:20%;

硫酸镁溶液:0.2%;

对硝基酚溶液:0.1%;

EDTA 标准溶液:0.005 mol/L。称取 1.8613 g 预先于 150℃ 烘干 1 h 的 EDTA(基准试剂),以少量蒸馏水溶解,移入 1000 mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀;

钙指示剂:称取 1 g 钙羧酸,与干燥的 50 g 氯化钠充分研匀,储于密闭瓶中;

Zn - EDTA 溶液:称取 8.91 g 氧化锌溶于 45 mL 浓盐酸中,用蒸馏水稀释至约 300 mL;再称取 37.2 g EDTA 溶于 150 mL 蒸馏水及 15 mL 浓氨水中。将上述两种溶液混匀,以对硝基酚溶液为指示剂,用氨水(1 + 1)调至恰成黄色(pH 值为 5 ~ 6),再用蒸馏水稀释至 1000 mL;

络天青 S 溶液:0.2%。称取 1 g 络天青,溶于 500 mL 乙醇溶液(1 + 1)中;

混合显色液:将 Zn - EDTA 溶液与络天青 S 溶液等体积混合;

六次甲基四胺缓冲溶液:20%。称取 200 g 六次甲基四胺,用适量蒸馏水溶解,加入 10 mL 盐酸溶液,用蒸馏水稀释至 1000 mL;

铁标准溶液:1 mg/mL。称取 1 g 纯铁,用 20 mL 盐酸溶液溶解,再用蒸馏水稀释至 1000 mL;

GSBHI 2002 - 90 标准样品:吉林铁合金厂;

GBW 01431 标准样品:冶金工业部钢铁研究总院;

实验所用其它试剂均为分析纯;

实验用水为蒸馏水。

1.2 实验方法

1.2.1 样品溶液的制备

称取 0.2500 g 样品于聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 硝酸,滴加氢氟酸至样品完全溶解,再加入 10 mL 高氯酸,加热至冒白烟且溶液体积约为 5 mL,取下,待溶液稍冷,加入 20 mL 盐酸溶液,振摇,使固体充分溶解,移入 250 mL 容量瓶中,冷却至室温,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。

1.2.2 钙的测定

吸取 20 mL 样品溶液于 300 mL 烧杯中,加入约 80 mL 蒸馏水、10 mL 三乙醇胺溶液及 20 mL 氢氧化钾溶液,此时,溶液的 pH = 12,再加入 2 mL 硫酸镁溶液和少许钙指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定至溶液呈蓝色为终点。根据 EDTA 标准溶液消耗的体积,按(1)式计算钙的含量:

$$w_{\text{Ca}} = \frac{V \times c \times 40.08}{m \times R \times 1000} \times 100 \quad (1)$$

式中: w_{Ca} ——样品中钙的含量(质量分数),%;

V —消耗 EDTA 标准溶液的体积, mL;
 c —EDTA 标准溶液的浓度, mol/L;
 m —样品的质量, g;
 R —样品溶液的分取比;
40.08—钙的摩尔质量, g/mol。

1.2.3 铝的测定

吸取 2 mL 样品溶液, 置于盛有 50 mL 蒸馏水的 100 mL 容量瓶中, 加入 2 mL 铁标准溶液及 4 mL 混合显色液, 摆匀, 加入 10 mL 六次甲基四胺缓冲溶液, 用蒸馏水稀释至刻度, 以试剂空白为参比, 用 1 cm 比色皿于波长 550 nm 处测定溶液的吸光度, 用标准对照法计算铝的含量。

2 结果与讨论

2.1 溶液的 pH 值

试验结果表明, 溶液的 pH 值对溶液吸光度的影响很大, 是测定铝的关键。绘制溶液的吸光度与溶液 pH 值的关系曲线, 如图 1 所示。由图 1 可知, 当溶液的 pH 值为 5~5.7 时, 溶液的吸光度最大且相对稳定。故本实验选择六次甲基四胺缓冲溶液控

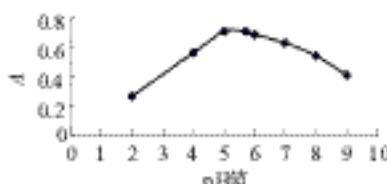


图 1 溶液的吸光度与 pH 值的关系曲线

制溶液的 pH 值为 5~5.7。

2.2 显色时间

显色剂络天青 S 与铝配位, 2 min 即可显色完全, 形成紫红色络合物, 该络合物很稳定, 放置数小时, 吸光度无显著变化。

2.3 样品测定

按实验方法对国家标准样品和不同矿点样品中的钙和铝进行测定, 结果见表 1。由表 1 可知, 方法的精密度和准确度较高。

表 1 样品测定结果 ($n=5$) 质量分数: %

样品	钙			铝		
	标准值	测定值	RSD	标准值	测定值	RSD
GSBHI 2002-90 标准样品	27.12	27.08	0.039	1.30	1.30	0.016
GBW 01431 标准样品	30.03	30.05	0.066	1.95	1.96	0.016
1#硅钙合金样品		31.55	0.050		1.67	0.027
2#硅钙合金样品		32.14	0.034		0.97	0.035

3 结语

用容量法和光度法联合测定硅钙合金中的钙和铝, 分析速度快, 精密度和准确度能够满足测定要求。

参考文献

- 徐盘明, 赵祥大. 实用金属材料分析方法. 北京: 中国科学技术出版社, 1990. 289
- 傅作宝. 实用冶金分析. 沈阳: 辽宁科学技术出版社, 1989. 489

JOINT DETERMINATION OF CALCIUM AND ALUMINIUM IN THE SILICO-CALCIUM ALLOY

Qin Lingling, Tao Rui, Liu Yan

(Shijiazhuang Iron & Steel Co. Ltd., Shijiazhuang 050031, China)

ABSTRACT The silico-calcium alloy was solved with nitric acid and hydrofluoric acid, fluoride was eliminated with perchloric acid. Take two parts of the matrix solution, in one part, triethylamine was added to shelter the interfering ions as iron, aluminium, etc., potassium hydroxide was then added to make $\text{pH} = 12$, calcium was determined by EDTA volumetry. In the other part, iron standard solution, mixing color-developing solution and buffer solution were added and aluminium was determined by photometry. This method is simple, the result is accurate and reliable.

KEYWORDS silico-calcium alloy, alcium, aluminium, determination

山东省在黄河下游开展生态地球化学调查

不久前, 由山东省地质调查研究院提交的《山东省黄河下游流域生态地球化学调查可行性报告》通过评审。山东省从今年 1 月开始, 大约需要 1 年时间, 在黄河下游进行大面积生态地球化学调查, 这是山东省首次开展大面积生态化学调查。

黄河下游流域的菏泽、济宁、聊城、德州、东营、滨州等地区占山东省土地面积的三分之一, 是山东省重要的高效农业基地。但是, 由于生产种养者质量安全意识淡薄, 农副产品

质量标准体系滞后, 使得某些农产品合格率低, 影响在国际市场上的竞争力。通过生态地球化学调查, 可以研究土壤中有机污染物的分布及迁移, 从而有针对性地进行预防和治理改良。

黄河下游还是山东省新兴的轻、重工业生产基地和旅游区, 工业“三废”排放和人类活动造成的污染, 导致农作物病虫害和地方病增多。进行生态地球化学调查, 可以确定污染元素种类、污染范围, 为病虫害和地方病防治提供科学依据。

(文明)