

## 钢铁中硅锰磷三元素的高速测定

杨春生 陈海燕 黄宝成

(盐城工学院化学工程系, 盐城 224003)

**摘 要** 采用微机自动控制分析程序, 高速分析钢铁中硅、锰、磷三元素。钢铁试样经机内溶解后, 利用气动原理, 进行提液、分液、钼丝加热、发色、光电比色, 完成程序自动化。再经光电转换, 自动数显吸光度, 并绘制打印工作检量线。单样测定在 4 min 内完成, 方法准确度高, 精密度好。

**关键词** 钢铁 硅 锰 磷 高速分析

**分类号** O652

迄今为止, 钢铁中硅、锰、磷三元素分析, 广泛采用的是分光光度法<sup>[1~3]</sup>。由于该法需人工溶样、释样、移液、发色、比色等手续, 分析速度较慢, 手续繁琐, 无法满足批量分析及炉前分析的需要。本

文采用微机自动控制分析程序, 对钢铁中硅、锰、磷三元素进行联合测定, 高速快捷, 能够在 4 min 内完成单样测定。方法可靠, 重现性好。装置及流程见图 1、图 2。

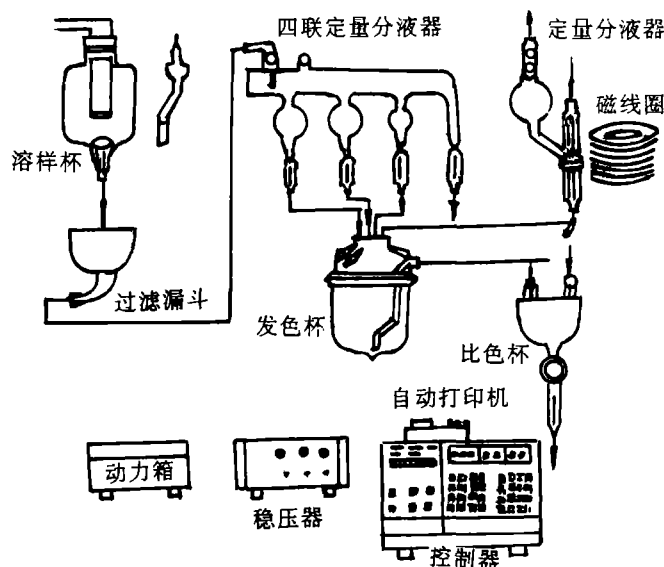


图1 HCA-3C 型硅、锰、磷微机数显自动分析仪装置图

### 1 实验部分

#### 1.1 仪器与试剂

(1) 硅、锰、磷微机数显自动分析仪 (HCA-3C 型), 无锡高速分析仪器厂;

(2) 溶样酸 (1+4): 取去离子水 2 000 mL, 加

浓硝酸 500 mL, 再加入尿素 25 g 摇匀;

(3) 过硫酸铵溶液 ( $250 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ );

(4) 硝酸银 ( $5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ );

(5) 高锰酸钾 ( $10 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ );

(6) 钼酸铵溶液 ( $10.2 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ) 与酒石酸钾钠溶液 ( $4 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ) 按 1:1 相混合;

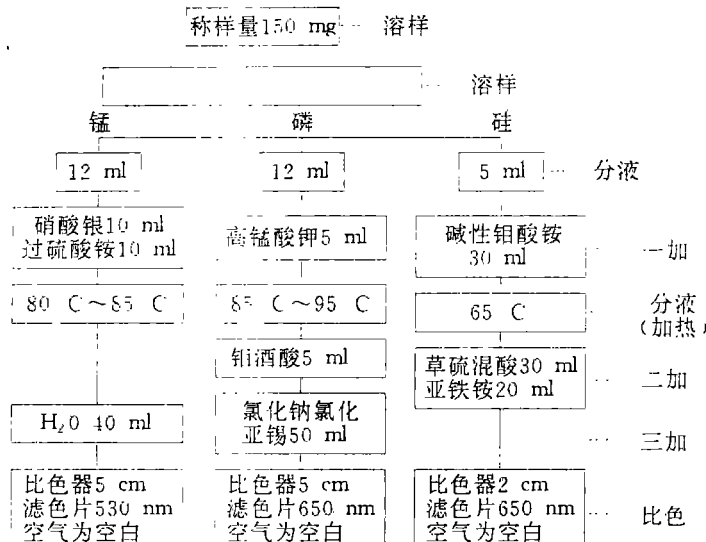


图2 普钢化学分析流程图

(7) 氟化钠-氯化亚锡溶液: 氟化钠溶液 ( $15 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ), 称取氟化钠 15 g, 先加 900 mL 水溶解, 稀释至 1 L; 再称取氯化亚锡 2 g, 加在  $15 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  氟化钠溶液中摇匀使用;

(8) 碱性钼酸铵溶液:  $17 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  钼酸铵溶液中加入无水碳酸钠 12.5 g。如浑浊可过滤;

(9)  $24 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  草酸溶液中加入 80 mL 浓硫酸;

(10) 硫酸亚铁铵溶液 ( $20 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ): 加入硫酸 (1+1) 35 mL。

## 1.2 实验方法

仪器 稳压 (220 V) 预热 30 min 后, 按“校正”键, 拉出挡光板, 调节电位器, 使硅、锰、磷比色信号电位值为“0000 mV”, 然后推入挡光板, 调节电位器, 使硅、锰、磷比色信号电位值为“1 900 ~ 1 950 mV” (空气为空白)。信号稳定后, 再按“校正”键, 显示“End”, 校正结束。

准确称取钢样 150 mg, 用磁性吸样棒将试样吸净, 放入有 35 mL 溶解酸的溶样杯中, 按“溶样”键, 同时按“准备”键, 显示“1”, “充液”, “比放”程序, 开始工作, 当显示器显示 END 表示“准备”程序结束。

按下“分析”键, 显示器显示“4”、“5”工作程序, 使硝酸银、过硫酸铵试剂从定容球加至锰的发色杯, 高锰酸钾从定容球加至磷的发色杯, 碱性钼酸铵从定容球加至硅的发色杯, 并自动转到“加热”程序, 接着显示“6”。“加热”“分液”“搅拌”程序开始工作, 三联分液器中的溶液分别加入 3 个发色杯中, 利用正气压搅拌, “加热”程序延迟时间一到, 自动转到“二加”, 接着显示“7”。“二加”“搅

拌”程序开始, 钼酸铵-酒石酸钾钠混合液从定容球放至磷的发色杯, 硫酸-草酸混合溶液、亚铁铵溶液从定容球中同时加至硅的发色杯中, 显示器显示“8”。定锰稀释水, 从定容球放至锰的发色杯, 磷的氟化钠-氯化亚锡溶液从定容球加至磷的发色杯。硅的稀释水从定容球加至硅的发色杯。继续搅拌, 负气压把硅锰磷三个发色杯内的比色液分别抽至比色杯中, 进行比色测定。仪器自动显示吸光度值, 并自动打印检量线及百分质量数。硅、磷、锰的工作检量线见图 3、图 4、图 5。

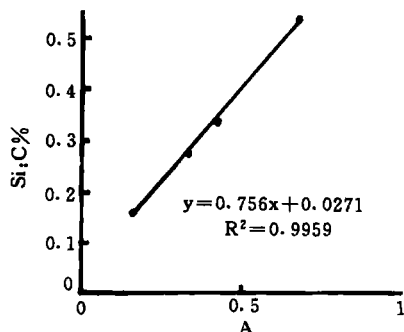


图3 硅的工作检量线

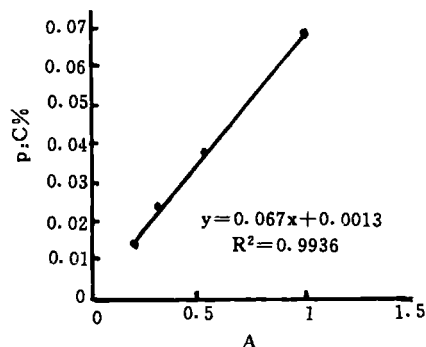


图4 磷的工作检量线

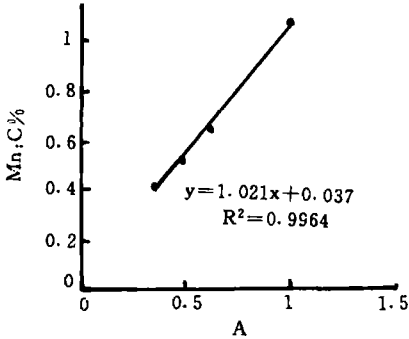


图 5 锰的工作检量线

2 结果与讨论

2.1 方法精密度试验 详见表 1。  
2.2 方法准确度试验 详见表 2。  
以上分析结果误差均符合国家标准 GB223.3-81,GB223.4-81,GB223.5-81 之规定。

3 注意事项

(1)碱性钼酸铵要新鲜配制,否则结果偏低。  
(2)硅、锰、磷发色杯中的加热钼丝控温受季节变化的影响,使用时要适当调整。  
(3)硅、钼杂多酸形成络合物受酸度影响较大,一般酸度控制在 0.1 mol·L<sup>-1</sup>为宜,同时避免磷、砷的干扰。

表 1 方法精密度试验 (%)

| 牌号        | 元素 | 标准值  | 测得值     |         | 平均值   | RSD  |
|-----------|----|------|---------|---------|-------|------|
| BH0509-2A | Mn | 0.66 | 0.675×2 | 0.663×2 | 0.665 | 1.23 |
|           |    |      | 0.668×2 | 0.654×2 |       |      |
|           | P  |      | 0.023×2 | 0.024×4 | 0.024 | 3.15 |
|           |    |      | 0.025×2 |         |       |      |
|           | Si |      | 0.283×2 | 0.291×2 | 0.286 | 1.86 |
|           |    |      | 0.279×2 | 0.290×2 |       |      |

表 2 方法准确度试验 (%)

| 编 号       | Mn    |         |       |       | P     |         |       |        | Si    |         |       |        |
|-----------|-------|---------|-------|-------|-------|---------|-------|--------|-------|---------|-------|--------|
|           | 标准含量  | 测得结果    | 误差    | 允许误差  | 标准含量  | 测得结果    | 误差    | 允许误差   | 标准含量  | 测得结果    | 误差    | 允许误差   |
| BH0506-2  | 0.52  | 0.518×2 | 0.018 | 0.025 | 0.013 | 0.014×2 | 0.001 | 0.0025 | 0.55  | 0.544×2 | 0.006 | 0.035  |
| BH0509-2A | 0.66  | 0.653×2 | 0.013 | 0.025 | 0.024 | 0.025×2 | 0.001 | 0.0025 | 0.28  | 0.284×2 | 0.004 | 0.017  |
| BH0509-2  | 0.29  | 0.301×2 | 0.01  | 0.015 | 0.025 | 0.024×2 | 0.001 | 0.0025 | 0.25  | 0.256×2 | 0.006 | 0.017  |
| BH0508-2  | 0.105 | 0.106×3 | 0.01  | 0.015 | 0.064 | 0.063×2 | 0.001 | 0.004  | 0.65  | 0.674×2 | 0.024 | 0.035  |
| BH0508-2A | 1.03  | 1.028×2 | 0.002 | 0.030 | 0.10  | 0.102×2 | 0.002 | 0.004  | 0.175 | 0.170×2 | 0.005 | 0.0075 |

(3)作磷的氟化钠-氯化亚锡溶液,先配置好氯化钠溶液,而后将称好的氯化亚锡加入氟化钠溶液中。要求:氯化亚锡不能用盐酸溶解,否则过

量氯离子使显色不稳定,同时氯化亚锡要现配,否则影响分析结果。

参 考 文 献

1 徐益明.实用金属材料分析方法.合肥:中国科学技术大学出版社,1990.219~215  
2 吴诚.机械工程材料测试手册(化学卷).沈阳:辽宁科学技术出版社,1996.1045~1048  
3 鄢国强.工厂实用化学分析手册.沈阳:机械工业出版社,1997.205~221

The Rapid Determination of Manganese, Silicon and Phosphorus in Iron and Steel

Yang Chunsheng Chen Haiyan Huang Baosheng

(Department of Chemical Engineering of Yancheng Institute of Technology, Yancheng 224003, PRC)

**Abstract** This paper adopts computer-auto-control-analysis program to analyze silicon, manganese, phosphorus in iron and steel sample rapidly. Extracting, detracting, showing color and comparing color can be finished step by step by air-moving principle after the sample is dissolved in the analyzer. Absorbing-light degree and concentration can be digitally showed rapidly by auto-light-electricity-changing, then the working-line can be printed automatically. This kind of method may be finished within 4 minutes with high rightness and accuracy.  
**Keywords** rapid determination; computer-auto-control-analysis processing