测定四元合金及锌液中稀土总量的 偶氮氯膦Ⅲ分光光度法

林 华

(350003 福州市钢管厂)

在热镀锌行业中,应用偶氮氯膦Ⅲ分光光度法,在721型分光光度计上、675 μm 波长处测定Zn-Al-Mg-Re四元合金及锌液中稀土总量。该方法简单、准确,适用于工业快速分析。

关键词 热镀锌 偶氮氯膦Ⅲ分光光度法 稀土总量 测定

MEASUREMENT OF FOUR-ELEMENT ALLOY AND TOTAL CONTENT OF RARE EARTHS IN ZINC SOLUTION WITH AZO CL-P Ⅲ SPECTROPHOTOMETRY

Lin Hua

(Fuzhou Steel Pipe Plant)

In the hot-dip galvanization sector, the four-element alloy, i. e. Zn-Al-Mg-Re and total amount of rare earths in zinc solution can be measured at 675 μm wave length with Type 721 Spectrophotometer by employing azo Cl-P Ⅲ spectrophotometry. This method is simple, accurate and applicable for quick analysis in commercial production.

Key words Hot-dip galvanization Azo Cl-P Ⅲ spectrophotometry Total content of rare earths Measurement

1 前言

国内热镀锌采用Zn-Al-Mg-Re四元合金(简称四元合金)代替铝锌合金片添加到热镀锌液中。为满足生产工艺的需要,笔者应用偶氮氯膦Ⅲ分光光度法,在721型分光光度计上、675 μm 波长处测定稀土总量。试验证明,此方法简单、准确,适用于工业快速分析。

2 测量方法

用盐酸溶解四元合金或固态锌试样,其溶解液中的锌、铁、铝分别以 Zn^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Al^{3+}

离子形式存在。在适当的酸度条件下, Zn^{2+} 、 Fe^{2+} 离子不会干扰用偶氮氯膦Ⅲ分光光度法测定稀土元素,而 Al^{3+} 离子则有干扰,因而用磺基水杨酸掩蔽 Al^{3+} 离子后,直接测定试液中稀土总量,效果良好。

所用试剂有:①氨水(1+1);②盐酸(1+1);③偶氮氯膦Ⅲ0.05%;④醋酸(1+7);⑤百里酚兰指示剂1%;⑥磺基水杨酸20%;⑦六偏磷酸钠5%;⑧配制不含稀土合金A标准溶液:称取0号锌1.000g,吸取1ml $\Leftrightarrow$ 1mg的铝标液40ml,再加入(1+1)盐酸10ml,溶解沸腾2min后冷却,移入250ml容

量瓶中,稀释至刻度;⑨混合稀土1号标准溶液:铜铈各占50%,配制1ml含 $120\mu\text{g}$ 稀土含量;⑩配制不含稀土合金B标准溶液:称取0号锌3.000g,纯铁屑4.5mg,纯铝丝2.5mg,加入(1+1)盐酸10ml,溶解后移入100ml容量瓶中,稀释至刻度;⑪混合稀土2号标准溶液:铜铈各占50%,配制1ml含 $6\mu\text{g}$ 稀土含量。

3 分析步骤

3.1 Zn-Al-Mg-Re 四元合金中稀土含量(0.20%~0.50%)测定

3.1.1 绘制标准检量线

吸取25ml不含稀土合金的A标准溶液6份,分别置于6个100ml容量瓶,再依次加入

1.0, 2.0, 2.5, 3.0, 4.0ml的混合稀土1号标准溶液,稀释至刻度。在上述标准溶液中按顺序各吸取10ml溶液置于6个25ml容量瓶,各加入(1+7)醋酸5ml,百里酚兰1滴,再以(1+1)氨水调至黄色(pH3),加入20%磺基水杨酸2ml,0.05%偶氮氯膦Ⅲ溶液2ml,用水稀释至刻度,摇匀作显色液。

吸取显色液10ml,加入1~2滴5%的六偏磷酸钠,使之褪色后作参比液(空白液)。尔后用2cm比色皿于721型分光光度计上、675 μm 波长处,以空白液作参比,进行显色测定。将所测定的6点含量及其对应的吸光值(表1)绘成以稀土标准含量为横坐标、对应的吸光值为纵坐标的标准检量线。

表1 测定的四元合金中稀土含量及其对应的吸光值

加入混合稀土1号标准液/ml	1.0	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0
相当于四元合金中稀土百分含量%	0.12	0.24	0.30	0.36	0.42	0.48
测定的对应含量吸光值/A	0.310	0.420	0.470	0.520	0.580	0.640

3.1.2 未知四元合金试样中稀土含量测定

称取未知四元合金试样0.1000g,置于250ml锥形瓶中,加入(1+1)盐酸10ml,溶解沸腾2min后再加蒸馏水50ml,洗涤瓶壁,一同置于100ml容量瓶中,稀释至刻度。从中吸取10ml试液置于25ml容量瓶中,加入(1+7)醋酸5ml,百里酚兰1滴,用氨水调至黄色(pH3)后再加20%磺基水杨酸溶液2ml,0.05%偶氮氯膦Ⅲ溶液2ml,用水稀释至刻度。尔后按照测定检量线各点的步骤测定吸光值,并查对由表1绘制的标准检量线,即可找到待测试样的稀土含量。

3.2 锌液试样中稀土含量(0.001%~0.006%)测定

3.2.1 绘制标准检量线

吸取10ml不含稀土合金B标准液5份,分别置于25ml容量瓶中,依次加入0.5、1.0、1.5、2.0、3.0ml的混合稀土2号标准溶液,

并各加入(1+7)醋酸5ml,百里酚兰1滴,用(1+1)氨水调至黄色(pH3)后再加20%磺基水杨酸2ml、0.05%偶氮氯膦Ⅲ溶液2ml,用水稀释至刻度,摇匀作显色液。

吸取显色液10ml,加入1~2滴5%六偏磷酸钠溶液,褪色后作参比液(空白液)。再用3cm比色皿,在721型分光光度计上、675 μm 波长处,以空白液作参比,测定显色液的吸光值。依测定的5点数值(表2),可用相当于锌液中稀土的百分含量作横坐标,对应点的吸光值作纵坐标绘成标准检量线。

3.2.2 未知锌液试样中稀土含量测定

将锌液(冷却后呈固体)试样3.000g置于250ml锥形瓶中,加(1+1)盐酸20ml,溶解沸腾2min后冷却,置于100ml容量瓶中稀释至刻度。尔后吸取10ml置于25ml容量瓶中,加入(1+7)醋酸5ml,百里酚兰1滴,用(1+1)氨水调至黄色(pH3),再加入20%磺

表2 测定的锌液中稀土含量及其对应的吸光值

加入不含稀土锌铝合金的B标准溶液/ml	0.5	1.0	1.5	2.0	3.0
相当于锌液中稀土元素含量%	0.001	0.002	0.003	0.004	0.006
测定的对应含量吸光值/A	0.070	0.135	0.200	0.270	0.405

基水杨酸溶液2ml、0.05%偶氮氯膦 III 溶液 2ml,用水稀释至刻度,摇匀作显色液。以空白液作参比,按测定标准检量线的比色步骤

测定显色液吸光值。查对检量线便可找到待测锌液试样中稀土元素的百分含量。

(收稿日期:1995-03-13)

●信息

中国金属学会轧钢学会钢管学术委员会第三届二次学术年会在天津召开

THE SECOND ANNUAL SESSION OF THE THIRD STEEL PIPE
ACADEMIC COMMITTEE OF STEEL ROLLING SOCIETY UNDER
CHINA SOCIETY OF METALS HELD IN TIANJIN

中国金属学会轧钢学会钢管学术委员会第三届二次学术年会于1995年11月9~11日在天津钢管公司召开。第三届钢管学术委员会顾问和委员,轧钢学会,科研、设计院所,高等院校,石油管材研究中心,煤炭、石油和冶金系统的钢管生产厂等单位的103名代表参加了会议。会议收到学术论文47篇。这些论文从不同角度对无缝钢管重点产品的生产现状、发展以及生产技术问题进行了阐述,较全面地反映了国内外钢管生产的最新进展和成果,并在会上进行了充分的交流。其中评选出优秀论文11篇。钢管学术委员会主任委员殷国茂、天津钢管公司蒋秉权总经理、学会顾问谢仕桓、天津钢管公司总工程师邹文正等同志就我国无缝钢管的生产技术现状与发展,天津钢管公司现代化装备、生产技术以及油井管生产和开发情况等作了大会报告。

会议研讨了石油管的生产、技术品种开发与市场需求等问题。与会代表认为目前正值我国开发石油管生产的大好时机,宝钢无缝钢管厂、天津钢管公司、成都无缝钢管厂等几家石油管专业生产厂在石油管产量、质量、品种开发、市场调研等方面都取得了长足的进步,石油管国产化率将超过1/3。大家认为应该抓住机遇,在“九五”期间充分发挥我国油井管的生产能力。代表们注意到油田对油井管消费结构的调整,希望生产科研单位与油田密切合作,开发新品种,提高产品质量,进一步提高油井管的国产化率。

会议还介绍了国内外利用计算机对轧制变形过程进行有限元分析的工作情况。用计算机对无缝钢管轧制变形过程进行仿真研究,有利于产品质量的提高、新品种的开发,确定设备、工具等轧制工艺参数的优化。与会的生产单位代表表示要与科研单位合作,取得这方面的应用效果。

会议还就无缝钢管的生产工艺、管坯供应、质量问题进行了讨论,指出利用连铸坯生产无缝钢管是我国的发展方向。同时还探讨了管坯的最小直径规格,适应的连铸管坯穿孔机型、最小压缩比等问题。

会议对于国内乡镇企业在无缝钢管生产领域中的“异军突起”,迅速发展给予了极大的关注,拟定下次年会将选择“乡企”典型,组织专题研讨。

会议期间,钢管学术委员会、《钢管》杂志编委会召开了工作会议,总结了两会一年来的工作,研究确立了今后工作的重点。

会议期间,代表们参观了天津钢管公司Φ250mm无缝钢管机组从冶炼→浇铸→轧制→成品加工等全套生产系统。

(钢管学术委员会·本刊)