

高温合金化学分析方法
蒸馏分离——钼蓝吸光
光度法测定砷含量

HB 5220.44-95

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用蒸馏分离——钼蓝吸光光度法测定高温合金中砷含量的方法提要、试剂、仪器、分析步骤、工作曲线的绘制、分析结果的计算和允许差。

本标准适用于高温合金和钢铁中砷含量的测定。

测定范围:0.0005%~0.10%。

2 引用标准

GB 7729-87 冶金产品化学分析 分光光度法通则

HB 5421-89 金属材料化学分析方法总则及一般规定

HB/Z 205-91 钢和高温合金化学分析用试样的取样规范

3 方法提要

试样经酸溶解后,在硫酸及盐酸介质中,加硫酸肼和溴化钾,使砷以三氯化砷形式蒸出,蒸馏液以硝酸吸收,使砷(Ⅲ)氧化为砷(Ⅴ),用硫酸肼为还原剂,在钼酸铵存在下,于840nm波长处测量砷钼蓝的吸光度,从工作曲线上查出砷量。

本标准在实施中应遵守GB 7729、HB 5421和HB/Z 205的有关规定。

4 试剂

4.1 盐酸:ρ1.19g/mL,优级纯。

4.2 盐酸——硝酸混合酸:将硝酸(优级纯,ρ1.42g/mL)与盐酸(4.1)按(1+5)体积比混合。

4.3 硝酸:1+1,优级纯,用时配制。

4.4 硫酸:1+1,优级纯。

4.5 硫酸:1+6,优级纯。

4.6 硫酸肼——溴化钾混合溶液:称取2.5g硫酸肼、10g溴化钾溶于100mL水中,过滤后备用。

4.7 钼酸铵:1%溶液,特纯。

4.8 硫酸肼:0.06%溶液。

4.9 砷标准溶液 A:1.00mg/mL。称取 0.1320g 三氧化二砷(基准试剂),置于 100mL 烧杯中,慢慢加入 10mL 硝酸(ρ 1.42g/mL),加热溶解,待全溶后,加入 2mL 硫酸(4.5),缓慢加热,并蒸发除去大部分硝酸后,移至高温处冒硫酸烟,取下稍冷,以水冲洗表面皿及杯壁,再次加热冒烟,取下稍冷,加约 10mL 水,加热溶解盐类,待全溶后取下,冷至室温,移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.10 砷标准溶液 B:10 μ g/mL。分取 5.00mL 砷标准溶液 A(4.9),置于 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5 仪器

定砷蒸馏器(见图 1)。

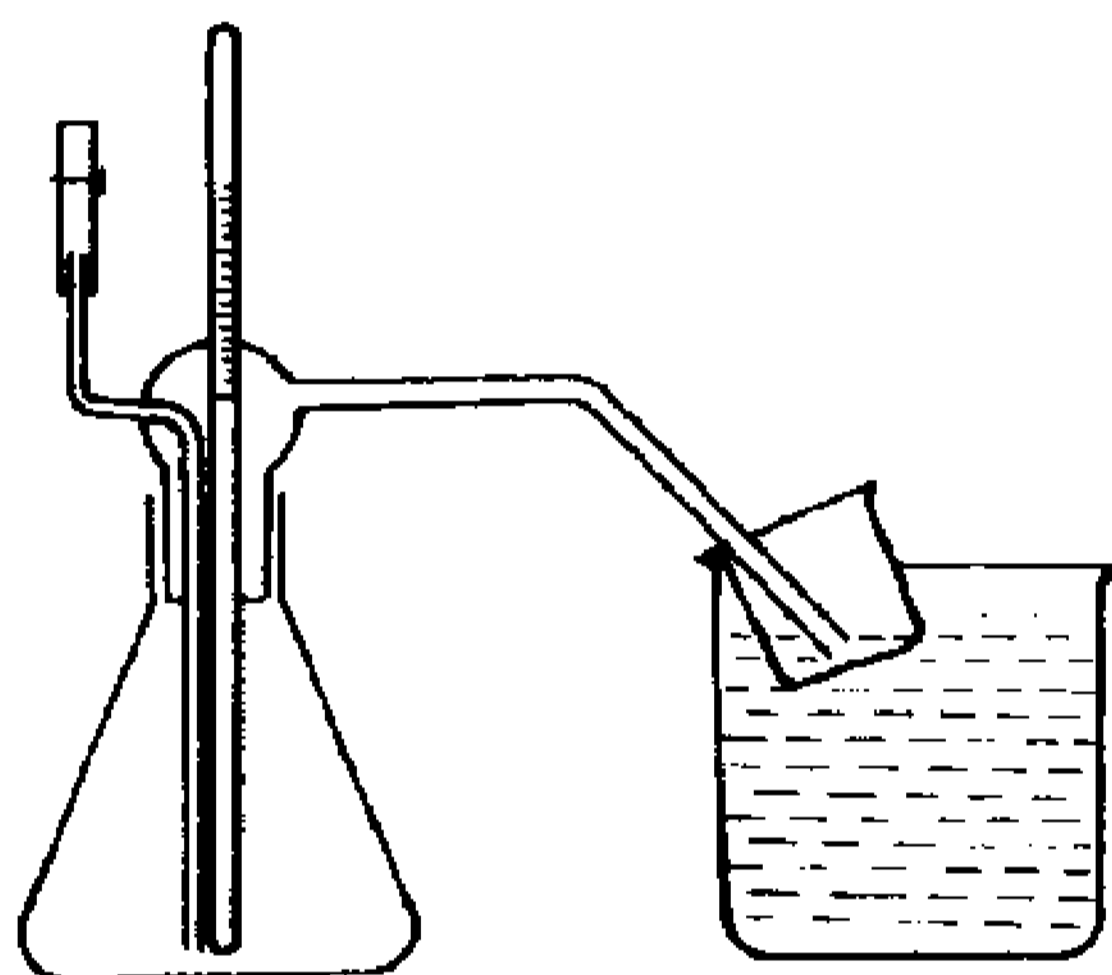


图 1 定砷蒸馏器示意图

6 分析步骤

6.1 试料质量

按表 1 称取试样量。

表 1

砷含量 %	试样量 g
0.0005~0.003	1.000
>0.003~0.006	0.5000
>0.006~0.100	0.1000

6.2 空白试验

用同等量的全部试剂与试料同时按分析步骤进行操作。

6.3 测定