

Determination of ferromanganese and ferrosilicon by ammonium ferrous sulfate titration and ICP

Lei Ming

Shandong University of Science and Technology, Jinan

Abstract: An introduction was given to the main points and analysis steps of using ferrous ammonium sulfate-titrating method to determine manganese content of ferromanganese alloy, as well as the operation process of using ICP method to determine the silicon content of ferromanganese alloy. At the same time, the main points and analysis steps of using mass method to determine the silicon content of the ferrosilicon alloy were also introduced.

Key words: ferromanganese alloy; ferrosilicon alloy; chemical analysis

Received: 2020-02-03; Accepted: 2020-02-18; Published: 2020-02-20

硫酸亚铁铵滴定法和 ICP 法测定 锰铁和硅铁的成分

雷 鸣

山东科技大学, 济南

邮箱: leimup@qq.com

摘 要: 介绍了用硫酸亚铁铵滴定法测定锰铁中 $\omega(\text{Mn})$ 量的方法要点和分析步骤及用 ICP 法测定锰铁中 $\omega(\text{Si})$ 量操作方法; 同时介绍了采用质量法测定硅铁中的 $\omega(\text{Si})$ 量的方法要点和分析步骤。

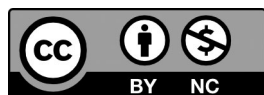
关键词: 锰铁; 硅铁; 化学分析

收稿日期: 2020-02-03; 录用日期: 2020-02-18; 发表日期: 2020-02-20

Copyright © 2019 by author(s) and SciScan Publishing Limited

This article is licensed under a [Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/).

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/>



化学分析法主要是容量法(含酸碱滴定、络合滴定、氧化还原滴定、沉淀滴定)和质量法。使用者首先应根据分析的目的、要求及需要达到的准确度水平选择分析方法; 其次是要依据分析时可能遇到的干扰因素来制定有特定针对性的检

测方法；最后是要根据被测组分的含量范围选择检测程序。

1 锰铁成分的测定

通常，好的锰铁中 $\omega(\text{Mn})$ 量应超过 65%，但

目前市场所供锰铁商品将 $\omega(\text{Mn})$ 量宽泛到 30% ~ 65%。所以，用户必须对其进行分析，以准确知道锰铁中的 $\omega(\text{Mn})$ 量、 $\omega(\text{Si})$ 量和 $\omega(\text{P})$ 量，为生产时准确配料做好准备。

测定锰铁成分的方法很多，笔者在此仅介绍测定 $\omega(\text{Mn})$ 量的硫酸亚铁铵滴定法和测定 $\omega(\text{Si})$ 量的 ICP 分析法。

1.1 硫酸亚铁铵滴定法测定 $\omega(\text{Mn})$ 量

1.1.1 方法要点

试样以硝酸、磷酸溶解，用硝酸铵将 Mn 氧化成 3 价状态，以苯基邻氨基苯甲酸为指示剂；当硫酸亚铁铵滴定溶液由淡红色突变为亮黄色，即为终点。

1.1.2 试样和试剂

锰铁试样粉碎过 100 目筛；试剂是浓度约 0.018 20 mol/L 的硫酸亚铁铵标准溶液（用时标定）。

1.1.3 分析步骤

- ①称取 0.100 0 g 试样置于 250 mL 锥形瓶中，加 15 mL 磷酸和 3 ~ 4 mL 硝酸；
- ②加热至试样全部溶解，并继续加热至刚微冒磷酸烟；
- ③将冒微烟的锥形瓶取下，放置 30 ~ 40 s，加入 1 ~ 2 g 固体硝酸铵，摇匀静置，使二氧化氮气体逸出；
- ④待二氧化氮气体逸尽后，加 80 mL 水，再次摇匀并冷至室温；
- ⑤先用硫酸亚铁铵标准溶液滴至淡红色，加 3 ~ 4 滴 0.2% 的苯基邻氨基苯甲酸指示剂，再继续用硫酸亚铁铵标准溶液滴定至亮黄色为终点。

1.1.4 $\omega(\text{Mn})$ 量的计算。

$\omega(\text{Mn})$ 量的计算公式为：

$$\omega(\text{Mn}) = \frac{C_{\text{Fe}^{2+}} \times V \times 54.94}{1\,000 \times G}$$

式中:

$C_{\text{Fe}^{2+}}$ ——硫酸亚铁铵标准溶液的浓度, mol/L;

V ——滴定所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积, mL;

G ——称样量, g;

54.94——锰的原子量。

1.2 ICP 法测定 $\omega(\text{Si})$ 量

称取 0.1 g 试样放入微波消解缸中溶解, 加入 4 mL HCl (1 + 1)、6 mL HNO_3 , 3 滴 46% HF; 溶好后加入 6 滴饱和 H_3BO_3 , 定容至 200 mL 容量瓶中, 混匀, 倒入塑料瓶中; 于 ICP 上按选定的仪器条件进行 $\omega(\text{Si})$ 量的测定。随同做空白试验。

2 硅铁成分的测定

采用质量法测定硅铁中的 $\omega(\text{Si})$ 量。

2.1 方法要点

以碱性熔剂分解试样, 将 Si 转化为硅酸; 然后用高氯酸加热冒烟使硅酸脱水, 过滤洗涤, 将沉淀放入马弗炉中; 再于 800 °C 灰化完全后, 在 1 000 °C 灼烧至恒重; 最后, 计算 $\omega(\text{Si})$ 量。

如灼烧后的沉淀不纯 (颜色不洁白), 则以氢碳酸钠飞散, 用差减法计算 $\omega(\text{Si})$ 量。

2.2 分析步骤

①称取 0.200 0 g 试样于铁坩锅中, 加 2 ~ 3 g 碳酸钠混匀, 在马弗炉 (温度为 700 °C) 内熔融后

取出;

②再加 3 ~ 4 g 过氧化钠, 继续熔融至完全分解后, 取出冷却;

③以水洗净坩埚外壁，放入 300 mL 烧杯中，以 50 ~ 70 mL 热水浸出熔块，洗出坩埚；

④加 10 mL 盐酸溶解盐类，加 30 mL 70% 高氯酸盖上表面皿，于电热板上加热至冒高氟酸烟

15 ~ 20 min，取下冷却；

⑤沿杯壁加 10 mL 盐酸和 100 mL 左右水，使盐类完全溶解，趁热以定量滤纸浆过滤于 300 mL 烧杯中，用擦棒擦净杯、表面皿及棒；

⑥以 5% 热盐酸洗液洗至无铁离子（以 50 g/L 硫氰酸铵试验），再用热水洗至无氯离子（以硝酸银试验）；

⑦向滤液中再加 10 mL 70% 高氯酸，再次加热至冒白烟；

⑧重复以上⑤~⑦操作，至沉淀物恒重；

⑨将沉淀物及滤纸浆放入 30 mL 瓷坩埚内，先低温后高温灰化完全后，置于 1 000 °C 马弗炉里灼烧 1 h，冷却后称重得硅的质量。

⑩最后，根据硅的质量，用差减法计算出 $\omega(\text{Si})$ 量。

3 结束语

选择化学分析法进行锰铁和硅铁的成分分析时，应根据分析的目的、要求及需要达到的准确度水平选择方法，要依据分析时可能遇到的干扰因素来制定有特定针对性的检测目标，要根据被测组分的含量范围选择检测程序。操作者要掌握方法要领，严格按操作步骤进行，并要对数据进行适当处理。

参考文献

- [1] 高平, 田甜. 钢铁及合金化验技术 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2010.
- [2] 山东机械工业理化检测协会. 工厂常用材料化学分析操作 [M]. 北京: 中国标准出版社, 2000.