

低熔点合金铋、铅、锡的测定

Determination of B, Pb, Sn of Low Melting Point Alloys

蒋 伊 (哈尔滨飞机工业 (集团) 有限责任公司, 哈尔滨 150066)

JIANG Yi (Harbin Aircraft Industry (Group) Company Limited, Harbin 150066, China)

低熔点合金主要应用于飞机总装工艺衔接部位。材料来源一直依赖进口, 为改变现状, 首要问题是对材质进行剖析, 弄清材料的成分组成, 为有关部门提供可靠的理化指标, 本方法是用火焰原子吸收光谱法测定低熔点合金元素含量高达 50% 铋、30% 铅、15% 锡的方法, 解决高含量上机测试及试样溶解过程易水解、易析出盐类的问题。

过程和方法

称取试样 1.0000g (或 0.5000g) 置于 100mL 三角烧杯中, 加入混合酸 [盐酸 ($\rho = 1.19\text{mg/L}$) 150mL; 硝酸 ($\rho = 1.42\text{mg/L}$) 350mL; 水 500mL] 50mL, 盖表面皿, 低温加热至试样完全溶解, 冷却后移入 250mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。

分取上述溶液 5mL (或 10mL), 加入 5mL 盐酸 (1+1), 用水稀释至 100mL 容量瓶, 测铋、铅、锡。用原子吸收条件测定吸光值, 从工作曲线上查出其结果。

在试验过程中应注意以下几个问题:

(1) 火焰原子吸收用于高含量分析时, 由于吸收噪音、共存物的干扰、气体流量变化等诸多因素对吸收漂移和工作曲线都有影响。而工作曲线产生的误差对高含量分析尤为重要。采用“两点内差法”即按“低标-试样-高标”的顺序进行测定。用这一方法的前提是仪器要相当稳定, 否则读数漂移会造成不可忽视的分析误差。

(2) 鉴于低熔点合金具有易水解的特性, 应寻找

出一种适合的酸, 对测试无影响。本方法大胆采用了盐酸、硝酸混酸溶解试样, 并且酸度超出通常范围。因试样溶解时, 如盐酸过多, 使铅的表面包裹一层 PbCl_2 而使溶解速度减慢, 在稀释时生成结晶的 PbCl_2 沉淀, 如硝酸过多, 又能使 Sn 易生成偏锡酸沉淀, 盐酸、硝酸酸度低亦生成 Sn 的氢氧化物沉淀。经试验加混酸 50~60mL 为最佳, 且对测试无影响。

(3) 被测元素含量在 50% 的样品 0.02g 满足试验要求, 但称样量太少, 对测定高含量的物质会带来较大误差, 摄取样品均匀性差, 影响准确度, 而称样量太多, 使试样不易溶解, 易出现水解沉淀现象, 建议控制在 0.5~1.0g 范围内, 通过分取稀释或转换燃烧头角度来满足测试的要求。

(4) 上机测试吸光值时应迅速, 避免因长时间测试试样时酸对燃烧头造成腐蚀。

本方法的建立可迅速、准确地测定出未知含量元素结果, 操作简便易行, 干扰少, 准确度高, 完全满足生产需要。与铅的络合滴定法相比具有显著优势。

收稿日期: 2001-11-08; 修订日期: 2002-08-08

作者简介: 蒋 伊 (1960-), 男, 联系地址: 哈尔滨飞机工业公司 (150066)。

欢迎订阅《精细石油化工》

《精细石油化工》是经国家科委批准, 由中国石化天津石油化工公司主办的, 国内外公开发行的技术刊物 (ISSN1003-9384; CN12-1179)。主要报道国内外以石油为基础和与石油有关的精细化工产品, 如: 油田化学品、日用化工产品、纺织染整助剂、催化剂、胶粘剂、表面活性剂、合成材料助剂、炼油精细化学品, 及有关中间体等方面的市场动向, 生产应用进展和科技成就。设有“专辑”、“研究与开发”、“综述”、“分析与测试”、“国内外动态”等栏目, 是从事精细石油化工的科技人员、经营管理干部以及院校师生必不可少的、适应性强的科技读物。本刊欢迎国内外厂商刊登广告, 价格优

惠。

《精细石油化工》为双月刊, 大 16 开 64 页, 每本定价 8.00 元, 全年 6 期 48.00 元。本刊邮发代号 18-125, 列入邮局全国期刊征订目录河北省栏, 全国各地邮局均可订阅, 如邮局漏订, 可以从邮局汇款, 本编辑部办理补订手续。此外, 本刊还有部分 1990 年至 2000 年的过刊, 欢迎订阅。

地 址: 天津大港区天津石化公司

《精细石油化工》编辑部

邮 编: 300271

电 话: (022) 63804759

传 真: (022) 63804996

E-mail: jxsyhg@163.net