

中华人民共和国国家标准

钼铁化学分析方法

8-羟基喹啉重量法测定钼量

UDC 669.15/28
:543.21:546
.77
GB 5059.1-85

Methods for chemical analysis of ferromolybdenum
The 8-hydroxyquinoline gravimetric method
for the determination of molybdenum

本标准适用于钼铁中钼量的测定。测定范围：50.00~75.00%。

本标准参照采用国际标准ISO 4173—1980《钼铁——钼量的测定——重量法》。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

溶解所称取试样，用氢氧化钠分离铁，在EDTA和草酸铵存在下，钼以羟基喹啉盐形式沉淀，过滤，干燥并称量无水羟基喹啉盐 $[\text{MoO}_2(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_2]$ 。

2 试剂

- 2.1 草酸铵。
- 2.2 氢氟酸(比重1.14)。
- 2.3 硝酸(比重1.42)。
- 2.4 硝酸(1+3)。
- 2.5 盐酸(比重1.19)。
- 2.6 盐酸(1+1)。
- 2.7 硫酸(1+1)。
- 2.8 氢氧化铵(1+1)。
- 2.9 氢氧化钠溶液(46~48%)：在聚乙烯烧杯中配制并贮存于聚乙烯瓶中。
- 2.10 EDTA溶液(10%)：称取10g乙二胺四乙酸二钠 $(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na} \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ ，以水溶解，稀释成1000ml，混匀。
- 2.11 8-羟基喹啉溶液(3%)：称取3g 8-羟基喹啉，以12ml冰乙酸溶解，加入60ml水并加热至约40℃，滴加氢氧化铵(2.8)，直到有少量永久性沉淀形成，再滴加冰乙酸使沉淀恰好溶解，冷却至室温，以水稀释成100ml，混匀。

3 仪器

一般实验室仪器。

4 试样

试样应通过0.125mm筛孔。

5 分析步骤

5.1 试样量

国家标准局1985-04-15发布

1986-01-01实施

GB 5059.1—85

按表1称取试样。

表1

钼量, %	试样量, g
75.00	1.0000
50.00	1.2500

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试样(5.1)置于150ml聚四氟乙烯(P T F E)烧杯中,加入10ml硫酸(2.7),加热但不至沸,滴加硝酸(2.3)至试样溶解并过量0.5ml。加入5ml氢氟酸(2.2),加热蒸发至冒硫酸白烟15min,冷却,加入5ml盐酸(2.5)和5ml硝酸(2.3),加热10min并稀释至50ml左右。

5.3.2 在650~800ml的高型烧杯中,加入50ml氢氧化钠溶液(2.9)和50ml水。加热至沸,在烧杯上放一个颈长为75mm,颈直径约1mm的漏斗,将溶液(5.3.2)缓慢地通过漏斗倒入烧杯中并保持氢氧化钠溶液继续沸腾,用85~90℃的热水冲洗P T F E烧杯,洗水经漏斗并入溶液中,冲洗漏斗和高型烧杯上壁,煮沸2~3min,用水稀释至约450ml并冷却,将溶液移入500ml容量瓶中,稀释至刻度,混匀。将原高型烧杯烘干,将容量瓶中的溶液倒入原烧杯中,静置15~20min。用快速滤纸过滤,弃去沉淀。

5.3.3 移取100ml溶液(5.3.2),置于400ml烧杯中,稀释至约200ml,加入10ml EDTA溶液(2.10)和3g草酸铵(2.1),缓慢加热至草酸铵溶解,冷至室温并以盐酸(2.6)和氢氧化铵(2.8)调至pH 4.0(使用pH计),加热至沸。加入20ml 8-羟基喹啉溶液(2.11),并在加入试剂时要保证溶液继续沸腾。

注:必须在沸腾溶液中进行沉淀。否则沉淀难于洗涤且回收率高;若干燥到恒量时(也许2~3d),有时回收率会降低。

5.3.4 在间时搅拌下于80~90℃放置5~10min。用已知重量具有5~10μm孔径的多孔玻璃坩埚缓慢抽滤。用带橡皮头的玻璃棒将烧杯壁上的沉淀完全移入坩埚中,用约100ml 80~90℃的热水洗涤坩埚中的沉淀。

注:过滤时,溶液注入坩埚中的速度应以坩埚中溶液不超过坩埚的一半高度为限。这样有利于坩埚的洗涤和使沉淀中没有可溶性盐。

5.3.5 在125℃烘至过夜,冷却并称重。重新烘至恒量并称重。

注:① 抽滤洗涤沉淀后的坩埚外壁需用热水洗涤,用镊子或用带手套的手以最少的时间将坩埚置于滤纸上干燥。

② 烘干后的空坩埚或带有羟基喹啉沉淀的坩埚,在称量前应该置于有效的干燥器中,在室温下放置1h。

③ 坩埚使用前应该用热水、硝酸(2.4)并最后用水洗涤数次。然后在125℃干燥。

④ 使用后的坩埚用水冲去沉淀,置于盛有5~10ml硫酸(2.7)的小烧杯中,用硝酸(2.3)充满坩埚。烧杯加热至冒硫酸白烟,冷却,取出坩埚。在缓慢抽滤下,通过约100ml热水。再按①和②处理洗涤过的坩埚。

6 分析结果的计算

按下式计算钼的百分含量:

GB 5059.1—85

$$M_{\text{O}}(\%) = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.2305}{m_0 \cdot r} \times 100$$

式中： m_1 ——羟基喹啉钼与坩埚的质量，g；

m_2 ——坩埚的质量，g；

m_0 ——试样量，g；

r ——试样溶液分取比；

0.2305——羟基喹啉钼换算为钼量的换算因数。

分析结果精确至小数点后第二位。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

钼 量	允 许 差
50.00~60.00	0.40
>60.00~75.00	0.50

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部吉林铁合金厂负责起草。

自本标准实施之日起，原冶金工业部部标准 YB 580—65《钼铁化学分析方法》作废。