免费标准下载网(www.freebz.net)

中华人民共和国国家标准

GB/T 223.27—94

钢铁及合金化学分析方法 硫氰酸盐-乙酸丁酯萃取分光光度法测定钼量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy The thiocyanate-butyl acetate extraction spectrophotometric method for the determination of molybdenum content

1994-01-17发布　　1994-10-01实施

国家技术监督局　发布

免费标准下载网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载

免费标准下载网(www.freebz.net)

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 硫氰酸盐-乙酸丁酯萃取 分光光度法测定钼量

GB/T 223.27—94

代替 GB 223.27—84

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy The thiocyanate-butyl acetate extraction spectrophotometric method for the determination of molybdenum content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用硫氰酸盐-乙酸丁酯萃取分光光度法测定钼量。

本标准适用于生铁、碳钢、合金钢中钼量的测定。测定范围:0.002 5%～0.20%。

2 方法提要

试样用酸溶解后,在硫酸介质中,使钼(V)与硫氰酸盐作用生成橙红色配合物,用乙酸丁酯萃取,测量其吸光度。

在试样中钨小于 5 mg 时,用磷酸掩蔽;钨大于 5～20 mg 时,加 2～3 g 酒石酸掩蔽;当钼小于 0.010%时,钼与钨之比不能大于 1 比 80。在移取液中,铜大于 5 mg 时,加硫脲掩蔽;锑大于 0.15 mg 时,对本法有干扰。

3 试剂

3.1 酒石酸。

3.2 纯铁(含钼须小于 0.000 3%)。

3.3 乙酸丁酯。

3.4 盐酸(ρ1.19 g/mL)。

3.5 硝酸(ρ1.42 g/mL)。

3.6 磷酸(ρ1.70 g/mL)。

3.7 高氯酸(ρ1.67 g/mL)。

3.8 硫酸(1+1)。

3.9 硫酸(1+3)。

3.10 氢氧化钠溶液(20%)。

3.11 硫脲溶液(10%)。

3.12 硫氰酸铵溶液(20%)。

3.13 氯化亚锡溶液(10%):称取 10 g 氯化亚锡($SnCl_2 \cdot 2H_2O$)置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.4),加热煮沸,冷却,用水稀释至 100 mL,混匀。用时配制。

3.14 钼标准溶液。

国家技术监督局1994-01-17批准 1994-10-01实施

免费标准下载网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载

免费标准下载网(www.freebz.net)

3.14.1 称取 0.250 0 g 纯钼(99.9%以上)。置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+3),加热溶解后,取下冷却,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 500 μg 钼。

3.14.2 移取 50.00 mL 钼标准溶液(3.14.1),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 钼。

3.14.3 移取 20.00 mL 钼标准溶液(3.14.1),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 钼。

4 分析步骤

4.1 试样量

按表 1 称取试样量。

表 1

含钼量,%	试样量,g
0.002～0.010	1.000
>0.010～0.050	0.500 0
>0.050～0.20	0.100 0

4.2 空白试验

称取与试样量相同的纯铁(3.2),随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样(4.1)置于 125 mL 锥形瓶中,加入 10～20 mL 适宜比例的盐酸(3.4)-硝酸(3.5)混合酸〔对含钨小于 5 mg 的试样,需加入 5 mL 磷酸(3.6)〕,缓慢加热溶解,加入 10～15 mL 高氯酸(3.7),加热蒸发冒高氯酸烟至瓶口〔铬大于 10 mg 时滴加盐酸(3.4)挥铬;对含钨 5～20 mg 的试样冒高氯酸烟至体积为 2～3 mL〕。

4.3.2 将锥形瓶取下稍冷,加入 20 mL 水溶解盐类〔对含钨 5～20 mg 的试样,另加入 2～3 g 酒石酸(3.1),搅拌使其溶解后,滴加氢氧化钠溶液(3.10)使钨酸溶解,再用硫酸(3.8)中和至酸性〕。冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.3.3 移取 20.00 mL 试液,置于预先盛有 10 mL 硫酸(3.9)的 125 mL 分液漏斗中,混匀。加入 5 mL 硫氰酸铵溶液(3.12),混匀。加入 10 mL 氯化亚锡溶液(3.13)〔含铜量大于 5 mg 时,加入 10 mL 硫脲(3.11)〕,充分混匀,待铁的硫氰酸盐褪至淡红色时,立即加入 20.0 mL 乙酸丁酯(3.3),振荡 1 min,静置分层后,弃去水相,再沿瓶口加入 5 mL 硫酸(3.9),混匀,加入 5 mL 氯化亚锡溶液(3.13),振荡 30 s,静置分层后,弃去水相。

4.3.4 将有机相用脱脂棉干过滤(弃去最初滤液)于 1 或 2 cm 吸收皿(与工作曲线所用的一致)中,以乙酸丁酯(3.3)为参比,于分光光度计波长 470 nm 处测量其吸光度(试样含钨时波长使用 500 nm),减去随同试样的空白溶液的吸光度。从工作曲线上查出显色液中相应的钼量。

4.4 工作曲线的绘制

4.4.1 含钼量为 0.002 0%～0.010%时工作曲线的绘制

4.4.1.1 称取 1.000 g 纯铁(3.2)6 份,分别置于 6 个 125 mL 锥形瓶中,加入 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 钼标准溶液(3.14.3),以下根据试样含钨、铜情况按 4.3.1～4.3.3 进行。

4.4.1.2 将有机相用脱脂棉干过滤(弃去最初滤液)于 2 cm 吸收皿中,以乙酸丁酯(3.3)为参比,于分光光度计波长 470 nm(试样含钨时使用 500 nm)处测量其吸光度,减去试剂空白的吸光度。以钼量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

免费标准下载网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载

免费标准下载网(www.freebz.net)

4.4.2 含钼量大于0.010%～0.050%时工作曲线的绘制

4.4.2.1 称取0.500 0 g纯铁(3.2)6份，分别置于6个125 mL锥形瓶中，加入0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL钼标准溶液(3.14.2)，以下根据试样含钨、铜情况按4.3.1～4.3.3进行。

4.4.2.2 将有机相用脱脂棉干过滤(弃去最初滤液)于1 cm吸收皿中，以乙酸丁酯(3.3)为参比，于分光光度计波长470 nm(试样含钨时使用500 nm)处测量其吸光度，减去试剂空白的吸光度。以钼量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

4.4.3 含钼量大于0.05%～0.20%时工作曲线的绘制

4.4.3.1 称取0.100 0 g纯铁(3.2)5份，分别置于5个125 mL锥形瓶中，加入0.00、1.00、2.00、3.00、4.00 mL钼标准溶液(3.14.2)，以下根据试样含钨、铜情况按4.3.1～4.3.3进行。

4.4.3.2 将有机相用脱脂棉干过滤(弃去最初滤液)于2 cm吸收皿中，以乙酸丁酯(3.3)为参比，于分光光度计波长470 nm处(试样含钨时使用500 nm)测量其吸光度，减去试剂空白的吸光度。以钼量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算钼的百分含量：

$$\mathrm{Mo}(\%)=\frac{m_1\cdot V}{m\cdot V_1}\times 100$$

式中：m_1——从工作曲线上查得的钼量，g；

V_1——分取试液的体积，mL；

V——试液总体积，mL；

m——试样量，g。

6 精密度

本标准的精密度是在1990年选择6个水平，由9个实验室共同试验结果确定的，精密度见表2。

表2

水平范围 %(m/m)	重复性 r	再现性 R
0.002 5～0.200	$r=0.000\ 129\ 0+0.107\ 8m$	$\lg R=-1.164\ 6+0.653\ 8\lg m$

如果两个独立测试结果之间差值超过了表中所列精密度函数式计算出的相应的重复性或再现性数值，则认为这两个结果是可疑的。

免费标准下载网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载

免费标准下载网(www.freebz.net)

附 录 A
精密度试验原始数据
（补充件）

实验室 \ 数据 \ 水平	1	2	3	4	5	6
1	0.002 45 0.002 55 0.002 60	0.009 00 0.009 20 0.008 90	0.052 0 0.053 1 0.055 7	0.106 0.113 0.115	0.146 0.160 0.166	0.200 0.216 0.217
2	0.002 54 0.002 33 0.002 45	0.009 17 0.008 88 0.008 73	0.058 4 0.054 1 0.055 9	0.119 0.114 0.115	0.159 0.156 0.154	0.211 0.214 0.214
3	0.002 40 0.002 50 0.002 60	0.009 20 0.009 60 0.009 70	0.054 5 0.055 0 0.055 5	0.117 0.115 0.118	0.163 0.158 0.160	0.222 0.222 0.225
4	0.002 15 0.002 10 0.001 95	0.009 20 0.009 16 0.009 02	0.049 0 0.048 0 0.046 0	0.102 0.102 0.106	0.150 0.157 0.148	0.219 0.217 0.210
5	0.002 60 0.002 55 0.002 10	0.009 80 0.009 40 0.009 30	0.052 0 0.052 0 0.056 0	0.106 0.110 0.112	0.158 0.152 0.149	0.216 0.207 0.202
6	0.002 40 0.002 00 0.002 20	0.008 10 0.008 20 0.008 50	0.053 0 0.052 0 0.058 0	0.128 0.114 0.122	0.152 0.164 0.157	0.200 0.210 0.208
7	0.002 93 0.002 85 0.002 96	0.010 6 0.011 0 0.011 6	0.050 9 0.053 5 0.056 1	0.105 0.113 0.115	0.155 0.159 0.153	0.212 0.220 0.215
8	0.001 08 0.001 04 0.001 14	0.008 52 0.008 56 0.008 58	0.050 0 0.056 0 0.057 0	0.110 0.108 0.123	0.150 0.150 0.171	0.205 0.207 0.233
9	0.002 00 0.002 20 0.002 35	0.007 65 0.008 40 0.007 90	0.048 4 0.052 1 0.047 1	0.101 0.105 0.102	0.138 0.144 0.134	0.201 0.202 0.197

免费标准下载网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载

免费标准下载网(www.freebz.net)

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钢铁研究总院负责起草。

本标准由鞍山钢铁公司、冶金部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人刘广志、张英琪、郭风英。

本标准水平等级标记　GB/T 223.27—94 I

免费标准下载网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载