

氧化钼块化学分析方法

钼酸铅重量法测定钼

YB/T 5039—93

Chemical analysis of lump molybdenum oxide
The determination of molybdenum by
the gravimetric method of lead molybdate

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》。

本标准适用于氧化钼块中钼量的测定，氧化钼粉亦可参照使用。测定范围38.00~55.00%。

1 方法提要

试样用过氧化钠熔融，使钼转化为可溶性钼酸盐，经分离干扰元素后，在 pH5 的乙酸-乙酸铵溶液中，钼与乙酸铅反应生成钼酸铅沉淀，过滤，在 550℃ 灼烧，以钼酸铅形式称重。

2 试剂

- 2.1 过氧化钠：固体。
- 2.2 氢氧化钠：固体。
- 2.3 无水碳酸钠：固体。
- 2.4 酒石酸：固体。
- 2.5 硫化钠：固体。
- 2.6 氯酸钾：固体。
- 2.7 乙酸铵：固体。
- 2.8 盐酸：比重 1.19。
- 2.9 盐酸：1+1。
- 2.10 氢氧化铵：比重 0.90。
- 2.11 氢氧化铵：1+1。
- 2.12 氢氧化铵：2+98。
- 2.13 冰乙酸：比重 1.05。
- 2.14 硫酸：1+2。
- 2.15 硫酸：1+99。
- 2.16 甲基橙溶液：0.1g 甲基橙溶解于 100ml 水中。
- 2.17 单宁溶液：1g 单宁溶解于 100ml 水中。
- 2.18 乙酸-乙酸铵溶液：称取 250g 乙酸铵(2.7)溶解于 500ml 水中，加入 150ml 冰乙酸(2.13)，过滤后用水稀释到 1000ml。
- 2.19 乙酸-乙酸铵洗涤液：取 100ml 乙酸-乙酸铵溶液 (2.18)，用水稀释到 1000ml。
- 2.20 乙酸铅溶液：15g 乙酸铅，加 30ml 冰乙酸 (2.13) 和 80ml 水溶解，过滤后稀释到 1000ml。
- 2.21 滤纸浆：用定量滤纸撕成碎片，在热水中搅拌成糊状。

3 试样

- 3.1 试样需通过 160 目/英寸筛。
3.2 试样需在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 烘至恒重。

4 分析步骤

4.1 不含钨、钼、铬的试样

4.1.1 称取 0.5000g 试样 (随同试样做试剂空白), 置于预先盛有 5g 过氧化钠 (2.1) 的铂坩埚中, 拌匀, 再加入 2g 氢氧化钠 (2.2), 混匀, 放入已升温至 500°C 的高温炉中, 熔融 30 min。

注: 高温炉的炉温应严格校正, 温度差不能超过 $\pm 10^\circ\text{C}$; 不能使用硅碳棒高温炉。

4.1.2 取出, 冷却, 将盛有熔融物的铂坩埚置于 250ml 烧杯中, 加 100ml 水浸出熔块, 用水洗净铂坩埚 (坩埚内壁如有附着物, 先用约 1ml 热盐酸 (2.9) 溶洗, 再用水冲洗净)。

4.1.3 加 2g 无水碳酸钠 (2.3), 加热煮沸, 冷却, 移入 200ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.1.4 干过滤于 250ml 烧杯中, 移取 100.00 ml 滤液于 300ml 烧杯中, 加盐酸 (2.8) 中和后, 并过量 10ml, 加热煮沸, 取下稍冷, 在搅拌下徐徐加入氢氧化铵 (2.10) 至溶液呈中性后, 再过量 20ml, 加热煮沸 5min, 取下。

4.1.5 待沉淀凝聚后, 立即过滤于 500ml 烧杯中, 用温氢氧化铵 (2.12) 洗涤滤纸和沉淀 4 或 5 次, 将沉淀用水洗入原 300ml 烧杯中, 加 3g 氢氧化钠 (2.2), 加热溶解, 此时体积约为 50ml。

4.1.6 稍冷后, 用盐酸 (2.8) 中和后, 并过量 5ml, 加热煮沸, 取下稍冷, 在搅拌下徐徐加入氢氧化铵 (2.10) 至溶液呈中性后, 再过量 5ml, 加热煮沸 2min, 取下, 用原滤纸过滤于第一次滤液中, 再用温氢氧化铵 (2.12) 洗涤烧杯和沉淀各 4 或 5 次。

4.1.7 将滤液体积调节至约 250ml, 以甲基橙 (2.16) 为指示剂, 用盐酸 (2.9) 中和至呈酸性后, 再过量 1ml, 加 50ml 乙酸-乙酸铵溶液 (2.18), 加热煮沸, 在沸腾情况下, 边搅拌边用滴管逐滴加入乙酸铅溶液 (2.20) 至单宁外指示剂 (2.17) 不呈黄色后, 过量 2ml, 加入少许滤纸浆 (2.21), 加热煮沸 5min, 在约 70°C 保温静止 30min, 取下。

4.1.8 用 $\phi 12\text{cm}$ 的中速定量滤纸过滤, 粘附在烧杯壁和玻璃棒上的沉淀用带橡皮头的玻璃棒擦净, 用热乙酸-乙酸铵洗涤液 (2.19) 洗净, 并继续洗涤沉淀 10~15 次。

4.1.9 将沉淀连同滤纸移入已恒重的瓷坩埚中, 烘干, 灰化, 在 550°C 高温炉中灼烧 30min, 取出, 置于干燥器中, 冷却至室温, 称重, 反复灼烧, 直至恒重。

4.2 含钨、钼、铬的试样

4.2.1 按分析步骤第 4.1.1~4.1.6 款进行。

4.2.2 在滤液中, 加入 3g 酒石酸 (2.4), 搅拌使其完全溶解, 再加 6g 硫化钠 (2.5), 加热搅拌至刚沸, 取下, 稍冷, 然后慢慢加入硫酸 (2.14) 中和, 并过量 25ml, 煮沸 1min, 澄清, 趁热过滤, 用硫酸洗涤液 (2.15) 洗净烧杯, 并洗涤沉淀 10~12 次。

4.2.3 将滤纸上的沉淀用水全部移入原烧杯中, 加 15ml 盐酸 (2.8) 和 1.5g 氯酸钾 (2.6), 低温加热至硫化钨沉淀完全溶解, 把滤纸打开放入烧杯中, 加热煮沸, 如还有少量黑粒未溶解, 可再加 0.5g 氯酸钾 (2.6), 将沉淀溶解后, 过滤于 500ml 烧杯中, 用热水充分洗涤烧杯和残渣 10~15 次。

4.2.4 将滤液体积调节至约 250ml, 徐徐加入 10ml 氢氧化铵 (2.10), 以甲基橙 (2.16) 为指示剂, 用盐酸 (2.9) 中和至呈酸性后, 再过量 1ml, 以下按分析步骤第 4.1.7~4.1.9 款进行。

5 分析结果的计算

按下式计算钼的百分含量:

$$\text{Mo} (\%) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)]}{m} \times 0.2613 \times 100$$

式中: m_1 ——铅酸铅和瓷坩埚重量, g;

m_2 ——盛铅酸铅的瓷坩埚重量, g;

m_3 ——试剂空白和瓷坩埚重量, g;

m_4 ——盛试剂空白的瓷坩埚重量, g;

m ——称样量, g;

0.2613——铅酸铅换算成钼的系数。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值不能超过下表所示值, 室内允许差应小于表中所列值。

		%	
含 钼 量	允 许 差	含 钼 量	允 许 差
38.00~42.00	0.35	>46.00~50.00	0.45
>42.00~46.00	0.40	>50.00	0.50

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由上海铁合金厂负责起草。

本标准由上海铁合金厂起草。

本标准主要起草人宓文心。