

# 钼铁中钼的快速分析方法

何美容 罗喜清 陈君

(江阴兴澄特种钢铁有限公司, 江苏 江阴 214429)

**摘要** 在参照 GB/T 5059.1-1985 的基础上,以稀硝酸溶解试样,EDTA 为掩蔽剂,在乙酸铵-乙酸 (pH4.5) 的缓冲溶液中,8-羟基喹啉与钼生成黄色沉淀,干燥称量无水羟基喹啉盐  $[\text{MoO}_2(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_2]$ 。分别对沉淀时 pH 值、陈化时间、沉淀剂的用量进行选择。研究出了一种快速、准确、经济的分析方法。分析精密度高、准确度好,完全能够满足生产分析要求。

**关键词** 钼铁;钼;快速分析;应用

**中图分类号**:O655.1 **文献标识码**:A **文章编号**:2095-1035(2011)03-0053-02

## Rapid Analysis of Molybdenum Element in Molybdenum-iron

HE Meirong, LUO Xiqing, CHEN Jun

(Jiangyin Xing Cheng Special Steel Works Co., Ltd., Jiangyin, Jiangsu, 214429, China)

**Abstract** According to standard GB/T 5059.1-1985, diluted nitric acid was used to dissolve the samples and EDTA was used as a masking agent. In the ammonium acetate-acetic acid (pH4.5) buffer solution, 8-hydroxyquinoline and molybdenum formed a yellow precipitate. The precipitate was dried to be anhydrous hydroxyquinoline salt  $[\text{MoO}_2(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_2]$  and its weight was measured. The optimal testing conditions including the pH value at which precipitation occurred, aging time and the amount of precipitant were selected. At last, a fast, accurate and economic analysis method was developed. This method has high precision and good accuracy and fully meets the requirements for production analysis.

**Keywords** molybdenum-iron; molybdenum; rapid analysis; application

## 1 前言

钼铁主要应用于钢铁领域,它是钼和铁组成的铁合金,一般钼的含量在 50%~60% 之间,主要用作炼钢当中钼元素的加入剂。钢中加入钼可以使钢具有均匀的细晶组织并提高钢的淬透性,有利于消除回火脆性。在高速钢中,钼可以代替部分钨。钼和其他合金配合在一起广泛地用于生产不锈钢、耐热钢、耐酸钢和工具钢。钼加于铸铁中可增大其强度和耐磨性。准确量的加入不仅能改善钢的优良性能,也能为企业降本降耗。那么钼铁中钼量的准确测定就显得极为重要,用来测定钼的方法主要有重量法、光

度法、原子荧光光谱法、电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)<sup>[1-4]</sup>。前者是用来测高含量钼,后三者主要用来测定低含量的钼。目前用 GB/T 5059.1-1985 方法测定钼步骤繁琐费时费力,要求操作技能高,不适宜企业大批量的检测。在参照 GB/T5059.1-1985 的基础上,摸索出一套分析原理不变、步骤简便,操作方便,准确快速的简易测定方法。

## 2 实验部分

### 2.1 实验仪器与试剂

HX101A 型电热恒温鼓风干燥箱,BSA124S 型电子天平(赛多利斯科学仪器有限公司)。

缓冲溶液:称取 60 g 乙酸铵溶于水,加入 80 mL 冰乙酸,稀至 1000 mL 混匀;

8-羟基喹啉溶液(3%):称取 8-羟基喹啉 15 g 溶于 300 mL 冰乙酸中,用水稀释至 500 mL 混匀。

## 2.2 实验方法

### 2.2.1 钼铁标准溶液

称取 0.2000 g 钼铁标准样品五份,分别溶于 50 mL 硝酸(1+3)溶液中,溶解后用水稀至 100 mL。

### 2.2.2 操作步骤

称取 0.2000 g 试样于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 硝酸(1+3),加热溶解后加水 30~40 mL,过滤,用水、氨水(1+1)、盐酸(1+1),先后洗净烧杯和滤纸。调节滤液体积约 100 mL,加 20 mL EDTA 溶液(10%),用氨水(1+1)调节溶液由亮黄变微红,这时 pH 值约为 4.5,加 5 mL 缓冲溶液,此时 pH 值为 4.5,加热至溶液近沸取下,在充分搅拌下滴加 25 mL 8-羟基喹啉溶液(3%),静置。冷却至室温后用已恒重的玻璃沙蕊坩埚过滤,用热水洗净烧杯后,洗涤沉淀一遍,滤干后于 120 °C 烘箱烘干过夜。取出置于干燥器中冷却至室温后称重,直至恒重。

### 2.2.3 计算

按下式计算钼的百分含量:

$$\omega_{Mo}/\% = \frac{[(m_1 - m_2) \times 0.2305]}{m} \times 100$$

式中: $m_1$ ——羟基喹啉钼与坩埚的质量,g;

$m_2$ ——坩埚的质量,g;

$m$ ——试样量,g;

0.2305——羟基喹啉钼换算为钼的换算因数。

## 3 实验结果与讨论

### 3.1 沉淀 pH 值的选择

测定钼标准溶液,固定其它条件不变,仅改变沉淀时的 pH 值,按实验步骤测定,结果见表 1。

表 1 不同 pH 值时的测定结果

Table 1 Testing results at different pH values  $\omega/\%$

| pH 值 | 沉淀状态        | 测定值   |
|------|-------------|-------|
| 3.5  | 亮黄、细腻、絮状不明显 | 59.68 |
| 4.0  | 黄、细腻、絮状较明显  | 59.98 |
| 4.5  | 黄、粗、絮状明显    | 60.06 |
| 5.0  | 暗黄、粗、絮状明显   | 60.28 |

由表 1 可以看出钼与 8-羟基喹啉沉淀的最佳 pH 值为 4.5 左右。

### 3.2 陈化时间的选择

按实验方法测定钼铁标准样品,固定其它条件不变,改变其陈化时间,结果见表 2。

表 2 不同陈化时间时钼铁标准样品的测定结果

Table 2 Testing results for Molybdenum-iron standards for different aging times

| 陈化时间/h          | 0.5   | 1.0   | 1.5   | 2.0   |
|-----------------|-------|-------|-------|-------|
| 测定值 $\omega/\%$ | 59.99 | 60.04 | 60.05 | 60.05 |

由表 2 可以看出陈化时间对结果影响不大,建议陈化时间 1 h 左右即可。

### 3.3 沉淀剂的用量

按实验方法测定钼铁标准样品,其它条件不变,仅改变沉淀时沉淀剂用量,按实验步骤测定,结果见表 3。

表 3 不同沉淀剂用量时钼铁标准样品的测定结果

Table 3 Testing results for Molybdenum-iron standards using different precipitation dosage

| 沉淀剂用量/mL        | 20    | 22    | 24    | 26    |
|-----------------|-------|-------|-------|-------|
| 测定值 $\omega/\%$ | 59.91 | 59.98 | 60.05 | 60.05 |

由表 3 可以看出沉淀剂的用量在 24 mL 以上可以使钼完全沉淀,实验中采用 25 mL 沉淀剂。

### 3.4 共存杂质的干扰和消除

溶液中除钨酸根、钼酸根、铀酰离子和钛(IV)有干扰外,其他的金属离子如铁、铝、铬、铍、锌、锰、钴和碱土金属元素等均被 EDTA 掩蔽。钼酸根的干扰可在酸性较大的溶液中,加入亚硫酸钠煮沸使  $VO_4^{3-}$  还原为  $VO^{2+}$  消除其干扰。由于一般钼矿中很少有铀存在,铀的干扰可不予考虑。钨的干扰没有简便的方法消除,因此本法只适用于不含钨的试样。

## 4 准确度与精密度试验

按照 2.2.2 操作步骤分析标准样品 BH0314-4 和 GSB03-1563-2003 的结果如表 4 所示。其相对标准偏差分别为 0.09 % 和 0.08 %。测量值与标准值基本吻合,结果令人满意。

## 5 实际样品分析

按 2.2.2 分析方法对实际样品进行分析,其分析结果与国标 GB/T 5059.1-1985 方法分析结果进行比较,其结果如表 5 所示。