

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)^[1-4]。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/T 5059.1-1985 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)。

收稿日期:2011-06-16 修回日期:2011-07-27

作者简介:何美容,女,工程师,主要从事冶金材料分析测试研究。E-mail: lxqing99@sina.com

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 ℃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:

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

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、钒酸根、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。钒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 BH03144 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。

(下转第 68 页)

上并没有优势,并且由于山茶油能量极高,微波消解法受到称样量的限制(为保证安全,一般的微波消解器针对油脂类样品的称样量不超过 0.5 g),所以得到的 RSD($n=6$)和检出限相对湿法消解方法所测定的结果要高。

表 3 不同消解方法比较

Table 3 Comparison of different digestion methods				
消解方法	时间 消耗/h*	单次测定数据/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	RSD/%	检出限/ ($\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$)
湿法消解	6	0.0120, 0.0144, 0.0123	9.9%	0.058
		0.0153, 0.0112, 0.0135		
微波消解	6	0.0145, 0.0106, 0.0156	18.6%	0.119
		0.0104, 0.0178, 0.0184		

* 注:消耗时间不包括过夜时间

5 结论

采用硝酸-过氧化氢消解,石墨炉原子吸收测定山茶油中镉的操作可行,在消解时应避免使用高氯酸。对 3 组山茶油进行测定,均有检出,与已报道的其它植物油中含量水平相当;加标回收率在 84%~103%。方法检出限为 0.058 $\mu\text{g}/\text{kg}$, RSD 为 12%,方法可靠,灵敏度高。

(上接第 54 页)

表 4 标样 BH0314-4、GSB03-1563-2003 的分析结果

Table 4 Testing results for the standard samples of BH0314-4 and GSB03-1563-2003					$\omega/\%$
标标准样品	分析值		标准值	均值	相对标准偏差/ %
BH 0314 4	60 10, 60 01, 60 05, 60 13, 59 98, 59 98,		60 08	60 02	0 09
	59 92, 59 94, 60 03, 60 07				
GSB03-1563-2003	62 07, 61 97, 62 10, 62 04, 62 01,		62 09	62 04	0 08
	62 12, 62 16, 61 98, 61 89, 62 05				

表 5 快速分析方法与国标分析方法的分析结果对照

Table 5 Comparison of the rapid analysis method with the international analysis methods				$\omega/\%$
试样编号	快速分析	国标分析		
S1	62.04	62.03		
S2	62.03	61.99		
S3	62.11	62.13		

通过对 GB/T 5059.1-1985 的改进,其分析结果偏差在标准范围内,表明快速分析方法准确度较高,能满足日常分析的要求。

6 结语

GB/T 5059.1-1985 分析方法步骤繁琐,费时费力,要求操作者技能高,不适宜企业大批量的检测。通过对 GB/T 5059.1-1985 的改进,应用快速

参考文献

[1] 中华人民共和国卫生部. GB2716-2005 食用油卫生标准[S]. 北京:中国标准出版社,2005.

[2] 王久荣,郭小林,龚惠群. 石墨炉原子吸收法测定植物油中微量镉[J]. 农业环境保护,1996,15(3):116-118.

[3] 郭岚,谢明勇,鄢爱平,等. 电感耦合等离子发射光谱法用于植物油多元素同步测定研究[J]. 光谱学与光谱分析,2007,11(27):2345-4348.

[4] 李桂华. 食用油中痕量镉含量的测定[J]. 中国油脂,2004,29(11):61-62.

[5] 毛志瑛. 石墨炉原子吸收光谱法测定水生动物中的铬[J]. 中国无机分析化学,2011,1(2):47-49.

[6] 中华人民共和国卫生部. GB/T 5009.15-2003 食品中镉的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2003.

[7] 陈向阳,余淑媛,刘贤杰,等. 电感耦合等离子体质谱法测定精油中砷、钡、铋、镉、铬、铅、锑、汞含量[J]. 分析试验室,2009,5(28):246-248.

[8] 李志国,郑琳琳. 应用石墨炉法测定食用油中铅含量[J]. 食品研究与开发,2007,1(28):134-136.

[9] 湛社霞,臧李纳,孙世宏. 前处理方法对测定食用植物油中砷的影响[J]. 中国卫生检验杂志,2007,1(7):1414-1416.

分析法分析钼铁中钼量,操作简便、快捷易学、分析精度高、准确度好,能满足企业生产大批量测定工作的要求。

参考文献

[1] 刘珍. 化验员读本[M]. 北京:化学工业出版社,2008:279-285.

[2] 冶金工业部信息标准研究院标准研究部. GB/T5059.1-1985 8-羟基喹啉重量法测定钼量[S]. 北京:中国标准出版社,1997.

[3] 李启华,余锦. 工厂化验员速查手册[M]. 北京:化学工业出版社,2009:304-310.

[4] 冯先进,屈太原. 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)最新应用进展[J]. 中国无机分析化学,2011,1(1):46-52.