

利用示差法快速测定钼铁合金中钼的研究

张 平¹, 侯新刚²

(1. 甘肃省兰州市兰石集团测试中心, 甘肃 兰州 730050; 2. 兰州理工大学 材料科学与工程学院, 甘肃 兰州 730050)

摘 要: 利用钼与硫氰酸盐可以形成橙红色络合物的性质, 在硝酸介质中采用示差法快速测定钼铁中钼, 其准确度和精密度较好, 误差符合国家规定的要求。

关键词: 硫氰酸盐; 示差法; 钼铁

中图分类号: 057.32

随着我国钢铁需求的快速增长, 钼铁作为钢铁冶炼的主要原材料之一需求也日益增加^[1]。钼铁是钼与铁的合金。它的主要用途是在炼钢中作为钼元素的加入剂。钢中加入钼可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, 钼可代替一部分钨。钼同其他合金元素配合在一起广泛地应用于生产不锈钢、耐热钢、耐酸钢和工具钢, 以及具有特殊物理性能的合金^[2]。钼加于铸铁里可增大其强度和耐磨性。

目前测定含量常用的方法有目前国内外测定含量常用的方法有 8-羟基喹啉重量法, 此方法是将试样用混酸溶解, 硫酸冒烟除尽杂质。在室温时用盐酸和氢氧化铵调至 pH 为 4.0 加热沸腾时加入 8-羟基喹啉溶液形成沉淀, 反复洗涤移入坩埚, 在 125°C 烘至过夜后冷却称重。此方法为国标方法, 准确度高, 手续烦琐, 时间较长。

EDTA 络合滴定法, 此方法是将试样用硝酸、硫酸、及氢氟酸分解, 加入氢氧化钠使 Fe、Cu、Ni 形成氢氧化物沉淀, 将其分离, 干扰元素 W 存在时, 加入酒石酸, 使 W 与酒石酸生成稳定的络合物, 以消除其干扰。在 pH=3 左右时, 用硫酸联氨将 Mo^{6+} 还原为 Mo^{5+} , 加入过量的已知量浓度的 EDTA, Mo^{5+} 与 EDTA 生成 2:1 稳定络合物, 剩余 EDTA 以硫酸铜标准液进行滴定, 根据 EDTA 标准液的用量及硫酸铜标准液的用量计算出钼含量。此方法干扰元素少, 其方法所需仪器设备简单, 操作易掌握, 但误差较大^[3]。

此外还有传统的钼酸铅重量法, 虽然操作简单, 但干扰元素较多, 结果很不稳定, 已被实验室基本弃用。因此寻求一种快速、准确的分析方法成为必然。本方法考虑到钼与硫氰酸盐可以形成橙红色络合物^[4], 探讨利用示差法来测定钼铁中钼, 取得了满意的结果^[5]。

该方法利用稀硝酸分解试样, 在硝酸介质中使用还原剂氯化亚锡把钼(VI)还原到钼(V), 使钼(V)与硫氰酸根离子形成稳定的络合物 $[Mo(SCN)_5]^{2-}$, 借此进行示差光度法测定。

1 试验部分

1.1 主要仪器与试剂

- 1) 721 型分光光度计 (上海第三分析仪器厂)
- 2) HNO_3 ($\rho=1.42 g/ml$)
- 3) $NaOH$ (25%)
- 4) 酚酞 (0.5%)
- 5) $NaSCN$ 溶液 (25%)
- 6) $SnCl_2$ 溶液 (10%); 10g $SnCl_2$ 溶于 $HCl(1+9)$ 100ml 中, 用时现配。
- 7) 钼标准溶液: 称取 0.2500g 纯钼 (>99.9%), 置于 250ml 烧杯中, 加 $HNO_3(1+1)$ 10ml 加热溶解后, 移入 250ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1ml 含 1mg 钼。

试剂均为分析纯, 水为二次蒸馏水

1.2 试验方法

分别移取钼标准溶液 5.0, 6.0, 7.0, 8.0, 9.0, 10.0ml 于 100ml 容量瓶中, 加水 60ml 加入 0.5ml 酚酞 (0.5%), 用 $NaOH$ (25%) 调至红色, 用 $HNO_3(1.1.2)$ 调至红色褪去, 继续在摇动中滴加 $HNO_3(1.1.2)$ 5ml 冷却至室温, 加入 $NaSCN(25%)$ 10ml $SnCl_2(10%)$ 5ml 冷却定容。放置 3min 以 5.0ml 钼标准溶液显色液为参比, 于 560nm 波长处, 0.5cm 比色皿, 测量其吸光度。每种试剂加入后均须摇匀。

2 结果与讨论

2.1 测定波长的选择

在试验条件下进行吸收光谱的测定, 此络合物在 560nm 有一最大吸收峰, 选择 560nm 为测定波长。

2.2 试验条件的选择

2.2.1 酸度的影响

试验表明在 0.7~1.1 mol/L 的 HNO₃ 溶液中显色稳定,本方法选择 HNO₃ (1.1.2) 5 ml

2.2.2 NaSCN 溶液用量对吸光度的影响

试验表明加入 NaSCN 溶液 (25%) 量为 8~12 ml 时络合完全且吸光度稳定,本方法选择 10 ml

2.2.3 SnCl₂ 溶液用量对吸光度的影响

试验表明加入 SnCl₂ 溶液 (10%) 量为 4~7 ml 时即可将 Mo(VI) 完全还原为 Mo(V) 且对吸光度无影响,本方法选择 5 ml

2.2.4 温度的影响

试验表明在 15~20℃ 下 2 min 显色即达完全并能稳定较长时间 (约 1~10 h)。但高于此温度范围时 SnCl₂ 有继续还原 Mo(V) 为 Mo(IV) 的趋势,应在 10 min 内完成比色。

2.3 工作曲线

在本试验条件下,钼 (V) 的浓度在 5~10 mg/100 ml 范围内符合比耳定律,线性回归方程为 $A = 0.1248C \text{ (mg/100 ml)} - 0.6106$, 相关系数为 0.9998。

2.4 共存离子的影响

在强碱分离的情况下,少量不被分离的元素中 Ca²⁺ 无干扰,其余元素 (以 mg 计) W⁵⁺ (2)、Pb²⁺ (1.5)、Cr³⁺ (2.5)、V⁴⁺ (2) 无干扰。

2.5 样品分析

称取 0.2000 g 样品于 250 ml 烧杯中,加 HNO₃ (1+1) 10 ml 加热溶解完全后,加水 30 ml 溶解盐类,加 NaOH (25%) 30 ml 加热煮沸 2 min,过滤入 200 ml 容量瓶中,用热水洗净沉淀,冷却定容。分取 15 ml 滤液于 100 ml 容量瓶中,加水 50 ml 摇匀后加 0.5 ml 酚酞 (0.5%),用 HNO₃ (1.1.2) 调至红色褪去,继续在摇动中滴加 HNO₃ (1.1.2) 5 ml 以下按试验方法进行。测定结果见表 1。

表 1 标准样品测定结果

标样	标准值 (w%)	测定值 (w%)	平均值 (w%)	误差 (w%)
BH0314-4	60.08	60.21, 60.31, 60.25, 60.18	60.24	-0.16
GBW 01423	62.76	62.61, 62.52, 62.54, 62.50	62.54	+0.22
自制样品	61.66	61.48, 61.61, 61.51, 61.53	61.53	+0.13

结果表明,本方法的准确度及精密度较好;误差范围低于国标规定的 ±0.5% 的允许误差。

参考文献:

- [1] 承瑞芳. 钼铁及矿石中钼的容量法测定 [J]. 江苏冶金, 1989(2).
- [2] 薛明浩, 王俊秀, 王际祥. 光度法快速测定钼铁中的

- 钼 [J]. 冶金标准化与质量, 2006(增刊): 41-42.
- [3] 李满秀, 张春花. 钼的光度分析方法进展 [J]. 冶金分析, 2005(2).
- [4] 迟少婷, 王淑敏. EDTA 滴定法测定钼铁及其合金中钼 [J]. 理化检验 (化学分册), 2003(1).
- [5] 孙伟, 王小治, 盛海君. 钼的测定方法研究进展 [J]. 安徽农业科学, 2007(31).

(上接第 17 页)

为了报道抗震救灾情况,各路媒体记者云集受灾地区,电视媒体记者采访制作的大量实时电视新闻都在武都传回兰州,由于记者录制的节目素材量大时,陇南方向回传电路一度出现拥塞,虽然在武都市原有一条回传通道的基础上,增开了一条应急微波回传通道,解决了回传拥塞难题,但武都的节目传输量仍然很大,特别是记者在成县、康县采访的电视节目,需要驱车百余公里到武都传输,既增加武都的新闻传输量,又耽误时间,基于此种情况,利用中继站升级原理,微波技术人员在最短的时间里把成县微波台由中继站升级为可上传节目的台站,及时开通成县微波回传通道一条。成县微波回传点的开通,既缓解了武都新闻回传的压力,又提高了成县、康县等周边县区抗震救灾电视新闻报道的时效性,使记

者们把最宝贵的画面传给了中央,把中央的关怀带给了灾区人民。

4 结束语

对微波中继通信及微波中继站某些站型由于工作的需要进行系统升级改造的技术做了简单的介绍,通过典型的事例说明,台站升级后尤其是在突发事件的新闻报道中所发挥的巨大作用。

参考文献:

- [1] 陈振国. 微波技术基础与应用 [M]. 北京邮电大学出版社.
- [2] 姚彦. 数字微波中继通信工程 [M]. 人民邮电出版社.
- [3] 车晴. 数字卫星广播与微波技术 [M]. 中国广播电视出版社.