中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 硫氰酸盐光度法测定钼量

UDC 669.27:543
.42:546.77

GB 4324.28—84

**Methods for chemical analysis of tungsten
The thiocyanate photometric method for the
determination of molybdenum content**

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中钼量的测定。测定范围：0.0015～0.35%。

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》。

1 方法提要

钨粉、钨条用过氧化氢分解；三氧化钨、钨酸和仲钨酸铵用氢氧化钠溶解，然后用柠檬酸络合主体钨，在硫酸介质中，以硫酸铁为催化剂，用抗坏血酸还原钼（Ⅵ）为钼（Ⅴ），使钼与硫氰酸盐形成有色络合物，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 柠檬酸。

2.2 硫酸（比重1.84）。

2.3 硫酸（1 + 1）。

2.4 硫酸（4 + 96）。

2.5 过氧化氢（比重1.10）。

2.6 乙酸正丁脂。

2.7 氢氧化钠溶液（20%）。

2.8 硫氰酸铵溶液（50%）。

2.9 抗坏血酸溶液（20%），用时配制。

2.10 硫酸铁溶液：称取0.100g金属铁，置于烧杯中，加10ml硫酸（1 + 2），加热至完全溶解，冷却，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含100μg铁。

2.11 酚酞乙醇溶液（0.1%）。

2.12 二次蒸馏水（本方法均用此水）。

2.13 钼标准溶液

2.13.1 称取0.1500g三氧化钼（99.9%以上），置于250 ml烧杯中，加入20ml氢氧化钠溶液（10%），加热溶解后，冷却，移入1000 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含100μg钼。

2.13.2 移取100.0ml钼标准溶液（2.13.1），置于1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含10μg钼。

3 试样

钨条应粉碎并通过120目筛网。

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

4 分析步骤

4.1 测定数量

分析时应称取三份试样进行测定，测定值应在室内允许差之内，取其平均值。

4.2 试样量

按表1 称取试样量。

表 1

钼，%	试样量，g
≤0.008	2.000
>0.008~0.10	1.500
>0.10~0.20	1.000
>0.20~0.30	0.5000
>0.30~0.35	0.2000

4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

4.4 测定

4.4.1 钨粉、钨条

4.4.1.1 将试样（4.2）置于250ml烧杯中，加入2～3ml水润湿，在不断摇动下分2次加入5 ml过氧化氢（2.5），待剧烈反应减弱后，再分2～3次加入10～15ml过氧化氢（2.5），低温加热使试样分解完全并蒸发至近干，取下。

4.4.1.2 加入20ml（从表皿上慢慢洗入烧杯）氢氧化钠溶液（2.7），用水冲洗表皿及杯壁，加热使过钨酸溶解至溶液清亮，煮沸数分钟，赶尽过氧化氢，取下冷却，移入100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.4.1.3 移取10.00ml清液（如果溶液有沉淀，须干过滤后再取），置于盛有3g柠檬酸（2.1）的50ml比色管中，摇动，使柠檬酸溶解，再边摇边加入4 ml硫酸（2.3），立即用水冷却后，加入0.5ml硫酸铁溶液（2.10），混匀。加入2.0 ml硫氰酸铵溶液（2.8），混匀，加入2.5ml抗坏血酸溶液(2.9)，用水稀释至25.00ml，混匀，放置30min。

4.4.1.4 将部分溶液移入1 cm比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长460nm处测量其吸光度，减去随同试样所做空白的吸光度，从工作曲线上查出相应的钼量。

4.4.1.5 钼量小于0.0080%的试样，按下列步骤进行萃取：将溶液（4.4.1.3）移入125ml分液漏斗中，用25ml硫酸（2.4）洗原比色管并合并于分液漏斗中（总体积为50ml），加入10.0ml乙酸正丁酯（2.6），振荡3 min，静置分层，弃去水相，将部分有机相移入1 cm比色皿中，以乙酸正丁酯为参比，测量其吸光度。减去随同试样所做空白的吸光度，从工作曲线上查出相应的钼量。

4.4.2 三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵

将试样（4.2）置于250ml烧杯中，加入20ml氢氧化钠溶液（2.7），加热至试样完全溶解，移入100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。以下按4.4.1.3～4.4.1.5项进行。

4.5 工作曲线的绘制

4.5.1 工作曲线（A）：适用于钼量不小于0.0080%的试样。

移取0.00，0.10，0.30，0.50，1.00，1.50，2.00ml钼标准溶液（2.13.1），分别置于一组50ml比色管中，用水沿比色管壁洗至溶液体积为10ml，以下按4.4.1.3至4.4.1.4项测量其吸光度止进行，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。

4.5.2 工作曲线（B）：适用于钼量小于0.0080%的试样。

移取0.00，0.30，0.50，1.00，2.00，3.00ml钼标准溶液（2.13.2），分别置于一组50ml比色管中，用水沿比色管壁洗至10ml，以下按4.4.1.3和4.4.1.5项进行，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：

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

式中：m_1——从工作曲线上查得的钼量，g；

V——试液总体积，ml；

V_1——分取试液体积，ml；

m——试样量，g。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表2

%

钼　　量	允 许 差	钼　　量	允 许 差
0.0015～0.0060	0.0005	>0.060～0.150	0.015
>0.006～0.012	0.003	>0.150～0.250	0.025
>0.012～0.020	0.004	>0.25～0.35	0.04
>0.020～0.060	0.006		

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由株洲硬质合金厂负责起草。

本标准由株洲硬质合金厂起草。

本标准主要起草人周新华。

自本标准实施之日起，原冶金工业部部标准YB 895—77《钨化学分析方法》作废。