

# 中华人民共和国国家标准

## 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 硫氰酸盐分光光度法测定钼量

GB/T 4698.5—1996

代替 GB 4698.5—84

Sponge titanium, titanium and titanium  
alloys—Determination of molybdenum content  
—Thiocyanate spectrophotometric method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了钛合金中钼含量的测定方法。

本标准适用于钛合金中钼含量的测定。测定范围：0.10%~12.00%。

### 2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

### 3 方法原理

试料用硫酸溶解，在硫酸介质中以铜(Ⅱ)为催化剂，用硫脲将钼(VI)还原为钼(V)，钼(V)与硫氰酸盐生成橙红色络合物，于分光光度计波长 465 nm 处测量其吸光度。

### 4 试剂

4.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/ml)。

4.2 硫酸(1+1)。

4.3 硫氰酸钾溶液(500 g/L)。

4.4 硫酸铜溶液(10 g/L)。

4.5 硫脲溶液(100 g/L)。

4.6 钛基体溶液：称取 0.5 g 金属钛(>99.9%)于 150 ml 烧杯中，以下按 6.3.2 条进行。此溶液 1 ml 含 2 mg 钛。

4.7 钼标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 金属钼(>99.9%)于 400 ml 烧杯中，加入 50 ml 硫酸(4.2)、30 ml 硝酸(4.1)，加热使其完全溶解并继续加热至冒硫酸烟，冷却，加入 50 ml 水，加热使盐类溶解，冷却，移入 500 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 1 mg 钼。

4.8 钼标准溶液：移取 10.00 ml 钼标准贮存溶液(4.7)于 100 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 100  $\mu$ g 钼。

### 5 仪器

分光光度计。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

钼含量, %	试料量, g	分取试液体积, ml
0.10~0.50	0.500 0	20.00
>0.50~2.00	0.500 0	10.00
>2.00~5.00	0.200 0	10.00
>5.00~12.00	0.200 0	5.00

### 6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 150 ml 烧杯中。

6.3.2 加入 40 ml 硫酸(4.2)加热至试料溶解,滴加硝酸(4.1)至溶液紫色消失,煮沸除去氮的氧化物,冷却。移入 250 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.3 按表 1 分取试液于 100 ml 容量瓶中,用水稀释至约 60 ml。

6.3.4 加入 20 ml 硫酸(4.2),冷却,加入 4 ml 硫氰酸钾溶液(4.3)、1 ml 硫酸铜溶液(4.4)、10 ml 硫脲溶液(4.5),每加入一种试剂均需混匀。用水稀释至刻度,混匀。放置 20 min。

6.3.5 将部分试液移入 1 cm 吸收皿中,以空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 465 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查得相应的钼量。

### 6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 ml 钼标准溶液(4.8)分别置于一组 100 ml 容量瓶中,各加入与分取试液中钼量相当的钛基体溶液(4.6),用水稀释至 60 ml,以下按 6.3.4 条进行。

6.4.2 将部分溶液移入 1 cm 吸收皿中,以标准系列中零浓度溶液为参比,于分光光度计波长 465 nm 处测量其吸光度,以钼量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算与表述

按下式计算钼的百分含量:

$$\text{Mo}(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中:  $m_1$ ——自工作曲线上查得的钼量,  $\mu\text{g}$ ;

$V_0$ ——试液总体积, ml;

$V_1$ ——分取试液体积, ml;

$m_0$ ——试料的质量, g。

## 8 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

%

钨含量	允许差
0.10~0.50	0.03
>0.50~1.00	0.08
>1.00~2.00	0.12
>2.00~5.00	0.20
>5.00~12.00	0.30

**附加说明：**

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由西北有色金属研究院负责起草。

本标准由西北有色金属研究院起草。

本标准主要起草人王彦君、朱自强。