

EDTA 滴定法测定钼铁及其合金中钼

迟少婷, 王淑敏

(山东省冶金科学研究院, 济南 250014)

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1001-4020(2003)01-0052-01

关于钼铁中主量元素钼的分析^[1], 现有的 8-羟基喹啉重量法^[2], 准确度虽高, 但操作周期冗长; 而比色法的灵敏度远达不到分析要求, 且相对误差很大, 因此, 两者均不能适应厂矿快速、准确的分析要求。EDTA 滴定法测定钼铁及其合金中的钼, 对于 10%~60% 的钼含量的分析, 做到了快速、准确, 相对误差小于 1%。

1 试验部分

1.1 主要试剂

EDTA 溶液: $0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$, 称取 EDTA 3.7224g, 溶解于水中, 移入 1L 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 摇匀。

硝酸铋溶液: $0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$, 称取 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 4.8507g 于 250ml 烧杯中, 加入水 50ml, 硝酸 19ml, 移入 1L 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 摇匀。

钼标准溶液: $1.00\text{mg} \cdot \text{ml}^{-1}$, 称取预先于 500°C 灼烧 1h 并冷却至室温的三氧化钼 1.5003g 于 250ml 烧杯中, 加入氢氧化钠 5g, 水 50ml, 加热溶解后, 移入 1L 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 摇匀, 储于塑料瓶中。

1.2 试验方法

称取试样 0.1g 于 150ml 锥形瓶中, 加入硝酸 (1+3) 10ml (难溶试样用王水溶解), 于电炉上低温溶解后, 加入硫酸 (1+5) 5ml, 低温蒸至冒浓硫酸烟, 取下冷却, 以 20ml 水溶解盐类并煮沸 1min, 冷却后移入 250ml 容量瓶, 以水稀释至刻度, 摇匀。若试样中含铬大于 1%, 可在试样溶解后加高氯酸 5ml, 高温蒸至冒烟并滴加盐酸将六价铬挥除, 然后蒸至近干, 再加入硫酸 (1+5) 5ml, 以下操作同上。

分取母液 10ml 于 500ml 三角瓶中 (若高钨试样, 可在分取前干过滤去除钨酸), 加水 20ml, 然后加入 $300\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 酒石酸溶液 5ml, $50\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 氟化钠

溶液 5ml, 滴加 $200\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钠溶液, 调节至 pH 11。准确加入 $0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ EDTA 溶液 20ml, 滴入 $1\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 溴酚兰 1 滴, 以硫酸 (1+1) 调节至溶液由紫色变为亮黄色并过量 3~4 滴; 加入 $100\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸羟胺溶液 10ml, 在保持 100ml 体积的前提下煮沸 15min, 取下冷却。

加入 $2\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 二甲酚橙溶液 1~2ml, $2\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 孔雀绿 0.5ml, 以 $0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硝酸铋标准溶液滴定至由黄绿变为橙红。按下式计算:

$$\text{Mo}(\%) = \frac{T(V_1 - V_2K)}{m_s V_3/V} \times 100\%$$

式中 T ——EDTA 标准溶液对钼的滴定度, $\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$

V_1 ——EDTA 加入量, ml

V_2 ——消耗硝酸铋的体积, ml

V ——母液总体积, ml

m_s ——称样量, g

K ——硝酸铋标准溶液相当于 EDTA 标准溶液的体积比

2 结果与讨论

2.1 酸度的影响

由于 $\text{Bi}(\text{III})$ 对 EDTA 的滴定在 pH 0.7~2.0 之间的酸度下最为适宜^[2], 因此, 本法的滴定酸度选 pH 2^[3]。

2.2 干扰元素的消除

$\text{Fe}(\text{III})$ 、 $\text{Cu}(\text{II})$ 对滴定产生的干扰, 以 $100\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸羟胺掩蔽。 $\text{Mn}(\text{II})$ 对滴定产生的干扰, 以 $50\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 氟化钠掩蔽。 $\text{W}(\text{VI})$ 、 $\text{Cr}(\text{III})$ 对滴定干扰严重, 可在高氯酸冒烟时滴加盐酸将其挥除; 在蒸至近干时, 钨酸会沉淀析出, 定容后干过滤去除。

滴定溶液中残留的少量 $\text{Cr}(\text{III})$ 、 $\text{W}(\text{VI})$ 、 $\text{Sn}(\text{IV})$ 、 $\text{Ti}(\text{II})$ 的干扰以 $300\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 酒石酸加以掩蔽。

2.3 测定结果

钼铁及其合金中钼的测定结果见表 1。

收稿日期: 2001-01-10

与时俱进,力求分析测试技术发展紧扣时代需求 第四届中国(广州)国际分析测试仪器展览会暨技术交流会 有奖征文

由广东省科学技术厅、中国生物工程开发中心、中国生物工程学会主办,由理化检验、色谱、现代科学仪器和中国生物工程杂志等单位支持,并由广东省分析测试协会、广东省对外科技交流中心、广东省分析测试中心和广东国际科技贸易展览公司共同承办的第四届中国(广州)国际分析测试仪器展览会暨技术交流会将于 2003 年 5 月 20~22 日在广州中国出口商品交易会展馆和中国大酒店举行。本次大会作为广东省科学技术厅的科技活动月的重要内容从 1999 年 5 月举办第一届以来,规模在不断发展壮大,从最初的 60 多个展位发展到 140 多个展位,展商数从最初的 51 个增加到 102 个(且外商比例在逐渐加大),学术会议从最初的 15 场增加到 18 场,专业观众由 2800 多人增加到 4800 多人(非人次)。

使与会者获得知识和有益的启迪是我们举办分析测试交流会始终如一的宗旨,为此,2003 年的交流会将推出以下交流范围,希望社会各界踊跃投稿

和与会交流:

1. 毒品、毒物的先进检测技术和经验
2. 食品安全与食品分析
3. 生化技术、生物制药、生物芯片与临床化学
4. 环境化学样品的监测技术
5. 药品、精细化学品的分析新方法
6. 分析测试仪器新产品、新技术

大会组委会将根据会议交流现场反馈和参选征文的质量评出专家奖、新人奖和实用奖共 3 个奖项。

国际分析测试技术研讨会联系人:广东省分析测试协会张汉英先生,电话/传真:020-83500157, E-mail: qczhy@hotmail.com。

参展联系:广东国际科技贸易展览公司 王国斌,刘伟斌。地址:广州市连新路 171 号广东科学馆 202 室,邮编:510033,电话:020-83549125,传真:020-83549078, E-mail: analysis@ste.com.cn, 网址: http://www.ste.com.cn。

表 1 样品测定结果

Tab. 1 Analytical Results of Samples

样品 Sample	标准值 Standard values w(%)	比色法 Colorimetry w(%)	EDTA 滴定法 EDTA Titrimetry
抚顺钢厂 A11-1H49	5.05	6.64 6.55	5.08 5.07
上钢五厂 YSBC212495	5.08	3.83 3.95	5.04 5.20
吉林铁合金厂 BH0314-2	59.16	64.75 63.12	59.35 59.75
吉林铁合金厂 Mo-1	61.66	57.44 56.68	61.42 61.25

参考文献:

[1] 机械系统华东六区理化协作网编. 机械工厂实用化学分析[M]. 南京:江苏省机械工程学会理化检测分会, 1985. 462.

[2] 王绍模. 工厂化学分析计算[M]. 北京:国防工业出版社, 1990. 146~157.

[3] 张祥麟. 络合物化学(二版)[M]. 北京:冶金工业出版社, 1982. 238.

(上接第 51 页)

表 2 样品加标回收试验

Tab. 2 Test of recovery by standard addition method

样号 Sample No	样品含量 Contents known (m/μg)	加入量 Am't added (m/μg)	测得总量 Total amount (m/μg)	回收率 Recovery (%)
1	54.32	25.00	80.27	103.8
2	45.17	25.00	70.03	99.4
3	63.41	25.00	88.56	100.6
4	43.05	25.00	67.92	99.5

参考文献:

[1] 牛素琴,杨桂莲. X 射线荧光光谱法测定工具钢中钨等各成分[J]. 冶金分析, 1999, 19(1):56.

[2] 朱玉霞,何京,陆婉珍. 微波密闭消解 ICP-AES 法测定石油化工催化剂中负载元素含量[J]. 岩矿测试, 1998, 17(2):138.

[3] 刑永恒,李键秀. 硫氰酸盐光度法测原子簇化合物中钨含量[J]. 吉林化工学院学报, 1996, 13(4):37.

[4] 李法鸿. 硫氰酸盐双波长光度法连续测钨与钼[J]. 湖南冶金, 1995, (4):50.