

分光光度法快速测定钼铁合金中钼

李存根,杜建民*

(安阳钢铁集团公司,安阳 455004)

钼铁中钼的测定,因其含量高,常采用重量法。本文研究了在 H_2SO_4 介质中,以硫脲作还原剂,在铜盐催化作用下,钼(V)与硫氰酸铵形成稳定桔红色络合物,进行分光光度法测定。方法简便快速,稳定性好。

1 实验部分

1.1 主要仪器和试剂

721SX型分光光度计(山东高密分析仪器厂)。

钼标准溶液:含钼为 $50\mu g/mL$; HNO_3 : 1+3; H_2SO_4 : 1+1; $CuSO_4$ 溶液:1%,硫脲溶液:10%,硫氰酸铵溶液:20%。

1.2 实验方法

在 100mL 容量瓶中,依次加入一定量的钼标准溶液,并补加水至 10mL,2mL 1% $CuSO_4$,10mL 硫酸(1+1),10mL 10% 硫脲,10mL 20% 硫氰酸铵,以水稀释至刻度,摇匀。以相应试剂空白作参比,于 470nm 波长处,用 2cm 比色皿,测量溶液吸光度。

2 结果与讨论

2.1 介质及酸度

硫氰酸钼络合物在硫酸介质中较稳定。

酸度太大硫脲易分解析出硫,使钼络合物不稳定。酸度过小使颜色降低,同时铁不能很好被还原。本文选用 $1.6mol/L H_2SO_4$ 。

2.2 显色剂用量

为使被测离子完全络合,加入稍过量的显色剂,形成 $Mo(V):CNS^- = 1:5$ 络合物。若过量,反而会降低络合物的吸光度,这是由于形成 $[Mo(CNS)_5]^-$ 所致。根据试验,选用 2.0g 硫氰酸铵。

2.3 铁离子的作用

铁(III)与硫氰酸盐生成血红色络合物,实验表明,加入还原剂后使铁(III)还原为铁(II)而不影响测定。在显色液内含有 15~25mg 铁时,钼(V)- CNS^- 体系显色十分稳定。

3 样品分析

准确称取 0.1000g 试样于 100mL 两用瓶中,加 10mL HNO_3 (1+3),低温溶解。加

表 1 钼分析结果(%)

样品及编号	标准值	测定值 ($n=9$)	相对误差
钼铁 BH0314-2	59.16	59.13	-0.05
钼铁 BH0314-4	60.08	60.12	+0.07
钼铁 1-2(试)	49.68*	49.75	+0.14
钼铁 4-4(试)	56.34*	56.47	+0.23

*重量法测定值。

(下转第 47 页)

(上接第 62 页)

入 20mL H_2SO_4 (1 + 1), 加热冒白烟 2min。稍冷, 加 30mL 水溶解盐类, 冷却, 以水稀释至刻度, 摇匀。移取 10.00mL 母液于 200mL

容量瓶中, 以水定容, 摇匀。移取 10.00mL 该稀释液于 100mL 容量瓶中, 加 2mL 1% CuSO_4 , 以下同实验方法操作。结果列于表 1。