

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0313—94

上海市技术监督研究所
登记号 Q.T 966160

进出口钢材化学分析方法 硫代乙酰胺分离-8-羟基 喹啉重量法测定钼

Chemical analysis of import and export steel—Method for the
determination of molybdenum by 8-hydroxyquinoline
gravimetric after separation with thioacetamide

1994-12-02 发布

1995-05-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

进出口钢材化学分析方法

硫代乙酰胺分离-8-羟基

SN/T 0313—94

喹啉重量法测定钼

Chemical analysis of import and export steel—Method for the
determination of molybdenum by 8-hydroxyquinoline
gravimetric after separation with thioacetamide

1 主题内容与适用范围

本标准规定了进出口钢材中钼量的检验方法。

本标准适用于进出口钢材中耐热腐蚀钢、不锈钢、高速工具钢的钼量测定,测定范围:2.00%~8.00%。

2 方法提要

试样用王水溶解,滴加少量氢氟酸,加高氯酸冒烟,以酒石酸作络合剂,用氨水溶解钼酸,钨酸,在0.5 mol/L 硫酸介质中,用硫代乙酰胺沉淀钼与杂质元素分离,用硫酸和硝酸溶解硫化钼,在EDTA存在下控制酸度 pH3.5~4.0,用8-羟基喹啉沉淀钼,将沉淀烘干至恒重,以重量法测定钼的百分含量。

试液中含钨量 45 mg、钛量 15 mg、钒量 15 mg、铌量 10 mg、铜量 10 mg 以下不干扰测定。

3 试剂

3.1 硫代乙酰胺(CH_3CSNH_2)。

3.2 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

3.5 王水:盐酸(3.2)、硝酸(3.4)按(3+1)配制。

3.6 硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$)。

3.7 硫酸(1+1)。

3.8 硫酸(1+99)。

3.9 高氯酸($\rho 1.67 \text{ g/mL}$)。

3.10 氢氟酸($\rho 1.15 \text{ g/mL}$)。

3.11 氨水($\rho 1.15 \text{ g/mL}$)。

3.12 氨水(1+1)。

3.13 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(1%)。

3.14 酒石酸溶液(25%)。

3.15 乙酸铵缓冲溶液:称取 50 g 乙酸铵,加 60 mL 冰乙酸(ρ 约 1.05 g/mL),用水溶解并稀释至 1 L。

3.16 硫代乙酰胺洗涤溶液:称取 0.1 g 硫代乙酰胺和 1 g 酒石酸,加 2 mL 硫酸(3.6)溶解于 100 mL 水中。

3.17 8-羟基喹啉溶液(3%):称取 15 g 8-羟基喹啉溶解于少量冰乙酸(ρ 1.05 g/mL)中,加水稀释至 200 mL,滴加氨水(3.12)至有沉淀生成,再加盐酸(3.3)至沉淀恰好溶解,加水稀释至 500 mL,如溶液出现浑浊,过滤后使用。

4 分析步骤

4.1 试样用差减法称取 0.5 g,精确至 0.000 2 g。

4.2 测定次数

分析时称取两份试样进行测定,在符合精密度要求下,取其平均值。

4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

4.4 测定

4.4.1 将试样(4.1)置于 400 mL 烧杯中,加 15 mL 王水(3.5)和几滴氢氟酸(3.10)低温溶解后,加 5 mL 高氯酸(3.9)加热至冒白烟取下稍冷,用水冲洗表面皿及杯壁,继续加热至冒浓白烟取下冷却。加入 50 mL 水溶解盐类后,加 25 mL 酒石酸溶液(3.14)和 25 mL 氨水(3.11)搅拌均匀。低温加热使钼酸,钨酸溶解。取下加入 10 mL 硫酸(3.7),用水稀释至 200 mL。

4.4.2 将上述试液加热煮沸,加入 2 g 硫代乙酰胺轻微搅拌继续加热至生成黑色沉淀后保持微沸 5 min。将烧杯置于沸水浴上保温 1 h,取下冷却至室温。用加入少量纸浆的中速滤纸过滤,以硫代乙酰胺洗涤溶液(3.16)洗涤沉淀及烧杯数次。弃去滤液,将沉淀与滤纸置于原烧杯中。

4.4.3 于烧杯中加入 10~15 mL 硫酸(3.7)、20 mL 硝酸(3.4)加热溶解沉淀,如溶液出现黑色,取下稍冷后再滴加硝酸(3.4),继续加热至冒白烟,反复滴加硝酸(3.4),冒烟直至溶液呈无色或浅黄色。冷却,用水冲洗杯壁及表面皿,再蒸发至冒白烟,取下冷却后用水稀释至 100 mL,加热溶解盐类,如有硫磺微粒出现以快速滤纸过滤,用硫酸溶液(3.8)洗涤烧杯及滤纸。弃去沉淀,收集滤液及洗液于 400 mL 烧杯中。

4.4.4 于溶液(4.4.3)中加入 10 mL EDTA 溶液(3.13),用水稀释至约 150 mL,滴加氨水(3.12)或盐酸(3.3)调节溶液 pH 至 3.5~4.0,加入 5 mL 乙酸铵缓冲溶液(3.15),用水稀释至 200 mL 加热微沸。徐徐加入 15 mL 8-羟基喹啉溶液(3.17),继续保持微沸约 5 min,沉淀。于预先在 125℃ 烘干恒重的 1G₄ 号玻璃砂芯坩埚中抽滤,用热水洗涤烧杯及沉淀数次,将坩埚置于 125℃ 的烘箱中干燥至恒重。

5 分析结果的计算

按下式计算钼的百分含量:

$$\text{Mo}(\%) = \frac{(m_1 - m_2 - m_3) \times 0.2305}{m} \times 100$$

式中: m_1 ——玻璃坩埚和 8-羟基喹啉钼的总质量, g;

m_2 ——空玻璃坩埚的质量, g;

m_3 ——空白的质量, g;

m ——试样的质量, g;

0.2305——由 8-羟基喹啉钼换算为钼的系数。

6 精密度

含量范围, %	重复性 r	再现性 R
2~8	$\log r = -1.313 + 0.1728 \log m$	$\log R = -0.9914 + 0.01458 \log m$

注: m 为测定值的总平均值。

本精密度数据是在 1989 年由 10 个实验室对 6 个水平的试样所作的试验中确定的。

本标准在正常和正确操作情况下,由同一操作人员,在同一实验室内,使用同一仪器,并在短期内对相同试样所作两个单次测试结果之间的差值超过重复性,平均来说 20 次中不多于 1 次。

本标准在正常和正确操作情况下,由两名操作人员,在不同实验室内,对相同试样所作两个单次测试结果之间的差值超过再现性,平均来说 20 次中不多于 1 次。

如果两个单次测试结果之间的差值超过了相应的重复性或再现性数值,则认为这两个结果是可疑的。

附加说明:

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国湖北进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人李映明。

(京)新登字 023 号

SN/T 0313—94



SN/T0313-1994

中国标准出版社出版 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

1995 年 5 月第一版 1995 年 5 月第一次印刷 书号:155066 • 2-9925