



# 中华人民共和国国家标准

GB 223.28—89

---

## 钢铁及合金化学分析方法 $\alpha$ -安息香肟重量法测定钼量

Methods for chemical analysis of  
iron, steel and alloy  
The  $\alpha$ -benzoinoxime gravimetric method  
for the determination of molybdenum content

1989-03-31发布

1990-07-01实施

---

国家技术监督局 发布

# 中华人民共和国国家标准

## 钢铁及合金化学分析方法 $\alpha$ -安息香肟重量法测定钼量

GB 223.28—89

Methods for chemical analysis of iron,  
steel and alloy

代替 GB 223.28—84

The  $\alpha$ -benzoinoxime gravimetric method for  
the determination of molybdenum content

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用  $\alpha$ -安息香肟重量法测定钼量。

本标准适用于合金钢、高温合金和精密合金中钼量的测定。测定范围：1.00%~9.00%。

### 2 方法提要

在冷的酸性介质中，用  $\alpha$ -安息香肟沉淀钼，将沉淀灼烧成三氧化钼，以重量法测定钼的百分含量。

钨、铌和硅须先水解，脱水分离。钨酸和铌酸沉淀中夹带的钼以光度法测定校正之。预先还原高价格和钒为低价以消除其干扰。

### 3 试剂

- 3.1 硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)。
- 3.2 焦硫酸钾。
- 3.3 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。
- 3.4 盐酸(2+1)。
- 3.5 盐酸(1+1)。
- 3.6 盐酸(1+99)。
- 3.7 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。
- 3.8 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL)。
- 3.9 硫酸(1+2)。
- 3.10 硫酸(1+4)。
- 3.11 高氯酸( $\rho$ 1.67 g/mL)。
- 3.12 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/mL)。
- 3.13 亚硫酸( $\rho$ 1.03 g/mL)。
- 3.14 高氯酸-硝酸混合酸：高氯酸(3.11)、硝酸(3.7)及水按3+1+1配制。
- 3.15 氢氧化铵( $\rho$ 0.90 g/mL)。
- 3.16 氢氧化铵(1+99)。
- 3.17 饱和溴水。
- 3.18 三氯甲烷。

- 3.19 硼酸溶液(4%)。
- 3.20 氢氧化钠溶液(5%)。
- 3.21 硫酸铜溶液(1%)。
- 3.22 硫氰酸钾溶液(50%)。
- 3.23 硫氰酸钠溶液(15%)。
- 3.24 氯化亚锡溶液(20%)：称取20 g 氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )，置于250 mL 烧杯中，加入15 mL 盐酸(3.3)，加热溶解并煮沸，冷却，用水稀释至100 mL，混匀。用时现配。
- 3.25 柠檬酸溶液(50%)。
- 3.26 氯化四苯腈溶液(1%)：过滤后使用。
- 3.27 硫脲溶液(5%)：用时现配。
- 3.28 辛可宁溶液(12.5%)：用盐酸(3.5)配制。
- 3.29  $\alpha$ -安息香腈溶液(2%)：称取10 g  $\alpha$ -安息香腈溶解于乙醇中，并以乙醇稀释至500 mL。过滤后使用。
- 3.30  $\alpha$ -安息香腈洗涤液：移取40 mL  $\alpha$ -安息香腈溶液(3.29)，用硫酸(1+99)稀释至1000 mL，混匀。用时现配并冷至10℃以下。
- 3.31 三氧化钼标准溶液：称取0.1500 g 预先于500℃灼烧1 h 的三氧化钼(99.9%以上)，置于250 mL 烧杯中，加10 mL 氢氧化铵(3.15)，加热溶解，稍冷，用硫酸(1+1)酸化，冷至室温，移入1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL 含150  $\mu\text{g}$  三氧化钼。
- 3.32 三氧化钨标准溶液：称取0.1000 g 预先于800℃灼烧30 min 的三氧化钨(99.9%以上)，置于200 mL 烧杯中，加入30 mL 氢氧化钠溶液(10%)，加热溶解，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100  $\mu\text{g}$  三氧化钨。

#### 4 分析步骤

##### 4.1 试样量

按表1称取试样。

表 1

含量量, %	试样量, g
1.00~3.00	1.0000~2.0000
>3.00~6.00	0.5000~1.0000
>6.00~9.00	0.2500~0.5000

##### 4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

##### 4.3 测定

###### 4.3.1 不含钨、铋试样

4.3.1.1 将试样(4.1)置于400 mL 烧杯中，加入60 mL 硫酸(3.10)，盖上表皿，加热至试样全溶。滴加硝酸(3.7)，继续加热以破坏碳化物并氧化铁和钼至反应停止。煮沸除去氯化物。试样如不溶于硫酸(3.10)，可用硝酸(3.7)或适宜比例的硝酸(3.7)-盐酸(3.3)混合酸溶解，铬含量高溶解困难的试样，再加高氯酸(3.11)溶解。

4.3.1.2 加入2~3滴氢氟酸(3.12)，摇动溶液1~2 min，加入10 mL 硼酸溶液(3.19)，加热煮沸3~5 min。