

高温合金化学分析方法
EDTA 容量法测定钼含量

HB 5220.21-95
代替 HB 5220.11(1)-82

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用 EDTA 容量法测定高温合金中钼含量的方法提要、试剂、分析步骤、分析结果的计算和允许差。

本标准适用于高温合金中钼含量的测定。

测定范围:0.50%~12.00%。

2 引用标准

HB 5421-89 金属材料化学分析方法总则及一般规定

HB/Z 205-91 钢和高温合金化学分析用试样的取样规范

3 方法提要

在硫酸溶液中,用硫酸亚铁铵将铬、钒还原成低价后,钼同 α -安息香肟形成沉淀而与铁、铬、钒等大部分元素分离。沉淀经灼烧成氧化物,再以氢氧化钠溶液溶解。在硫酸溶液中加入过量的 EDTA 溶液,以硫酸联氨将钼还原成五价,并经加热煮沸使钼与 EDTA 稳定络合。然后调节溶液的 $\text{pH}=2.5$ 左右,以二甲酚橙为指示剂,用硝酸铋标准溶液滴定过量的 EDTA,从而计算出钼含量。

对于钨、钼同时存在的试样,钨酸沉淀需经氢氧化钠溶液处理,以免其中夹杂钼而引起干扰。钨、钼的影响可用酒石酸和氟化铵来消除。

本标准在实施中应遵守 HB 5421 和 HB/Z 205 的有关规定。

4 试剂

4.1 盐酸: $\rho=1.19\text{g/mL}$ 。

4.2 硝酸: $\rho=1.42\text{g/mL}$ 。

4.3 硫酸: $\rho=1.84\text{g/mL}$ 。

4.4 硫酸:1+1。

4.5 硫酸:1+5。

4.6 硫酸亚铁铵:10%溶液。称取 100g 硫酸亚铁铵于 1000mL 烧杯中,加入适量水,边搅拌边

加入 50mL 硫酸(4.3),使硫酸亚铁铵完全溶解,冷却至室温,用水稀释至 1000mL,混匀。

4.7 溴水:饱和溶液。

4.8 α -安息香肟:2%乙醇溶液。

4.9 α -安息香肟洗涤液:量取 25mL α -安息香肟乙醇溶液(4.8),加入 10mL 硫酸(4.4),用水稀释至 500mL,混匀。使用前配制,并置于冰水浴中降温。

4.10 氢氧化钠:20%溶液。

4.11 氢氧化钠:0.04%溶液。

4.12 硫酸钛溶液:量取 20mL(15%)三氯化钛试剂溶液,加入 5mL 硝酸(4.2),10mL 硫酸(4.3),加热蒸发至冒硫酸烟。稍冷,加 50mL 水溶解盐类,移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。使用时用水再稀释 5 倍。

4.13 酒石酸:40%溶液。

4.14 硫酸联氨:固体。

4.15 氨水: ρ 0.90g/mL。

4.16 二甲酚橙指示剂:0.25%溶液,用 1g 瓶装的显色剂(上海试剂三厂的产品)配制,使用时新配制。

4.17 氟化铵:20%溶液。

4.18 钼标准溶液^①:1.00mg/mL。称取 1.5003g 预先于 500℃灼烧 1h 的三氧化钼(>99.9%),置于 200mL 烧杯中。加入 5g 氢氧化钠,50mL 水,加热至完全溶解。冷却至室温,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。将溶液贮存于塑料瓶中。

4.19 EDTA 标准溶液:0.01mol/L。称取 3.72gEDTA(乙二胺四乙酸二钠)溶于 300mL 水中,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用以下方法确定 EDTA 标准溶液对钼的滴定度:

分取 10~25mL 钼标准溶液(4.18,钼量与试料中含钼量相近)三份,各置于 100mL 烧杯中,加入一定量的氢氧化钠溶液(4.10),以使溶液中氢氧化钠的含量为 1g(包括钼标准溶液中氢氧化钠含量),加入 2mL 硫酸钛溶液(4.12)和少量纸浆,加热至近沸,保温 15min。用致密滤纸过滤,以下按分析步骤 5.2.3 和 5.2.4 进行操作。在三份溶液所消耗硝酸铋标准溶液(4.20)毫升数的极差值不超过 0.05mL 的情况下,取其平均值。

按(1)式计算 EDTA 标准溶液对钼的滴定度:

$$T = \frac{m_0}{V_1 - V_2 \cdot K} \dots\dots\dots (1)$$

式中: T —— EDTA 标准溶液对钼的滴定度, g/mL;

m_0 —— 所取钼标准溶液中含钼的质量, g;

V_1 —— 所加 EDTA 标准溶液的体积, mL;

V_2 —— 滴定时所消耗硝酸铋溶液体积的平均值, mL;

K —— EDTA 标准溶液与硝酸铋标准溶液的比例系数。

4.20 硝酸铋标准溶液:0.01mol/L。称取 4.85g 硝酸铋,以 50mL 水和 19mL 硝酸(4.2)溶解,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。