

钨 钼 钽 铌 分析檢驗

(内部資料)

株洲硬质合金厂

06540

钨 钼 钽 铌 分析 检验

(内部资料 注意保存)

江苏工业学院图书馆
藏书章

株洲硬质合金

一九五五年六月

内部资料
钨钼钽铌分析检验
株洲硬质合金厂編

•
株洲硬质合金厂印刷所印刷

开本：1092×787¹/₃₂

字数：147,000

印数：0001—2000

定价：元

¥2.00

毛主席语录

在生产斗争和科学实验范围内，人类总是不断发展的，自然界也总是不断发展的，永远不会停止在一个水平上。因此，人类总得不断地总结经验，有所发现，有所发明，有所创造，有所前进。

中国人民有志气，有能力，一定要在不远的将来，赶上和超过世界先进水平。

自力更生，艰苦奋斗，破除迷信，解放思想。

鼓足干劲，力争上游，多快好省地建设社会主义。

前 言

在“鼓足干劲，力争上游，多快好省地建设社会主义”总路线的光辉照耀下，我国稀有金属冶金战线呈现一派蓬勃发展的的大好形势。为适应这一大好形势的发展，使分析检验工作更好地为生产斗争和科学实验服务，我们遵照伟大领袖毛主席关于“要认真总结经验”的教导，对我厂十几年采用的分析检验方法，特别是文化大革命以来广大分析检验人员在“自力更生”方针指引下所取得的新成果，进行了总结，并收集了历年来曾用过的部分方法，汇编成这本《钨钼钽铌分析检验》以供有关同志参考。

“通过实践而发现真理，又通过实践而证实真理和发展真理。”分析检验方法也应通过实践加以检验，并在实践中不断加以发展。我们希望稀有金属冶金战线上的广大分析检验人员在实践中对本书不断地审查，使分析检验方法更加完善，力求做到简便、快速、准确，以便更好地为社会主义革命和社会主义建设服务。

在编写过程中，力求收集齐全，简明扼要，通俗易懂，便于掌握与运用。但由于我们水平有限，某些分析方法不一定成熟，缺点和错误之处在所难免，恳切欢迎读者批评指正。

一九七五年六月

43448

几点说明

1. 化学分析所用试剂，除特殊指明者外，均为“分析纯”。
2. 化学分析所用之水，除特殊指明者外，一律为一次蒸馏水。
3. 方法中所用之溶液，除另有指明外，均为水溶液。溶液百分浓度：固体试剂系指100毫升溶液中含溶质的克数；液体试剂，除另有指明外，系指100毫升溶液中含溶质的毫升数。“1:1”，“1:5”等，系表示液体试剂的体积（前项）与蒸馏水的体积（后项）之比。
4. 方法中未注明浓度之试剂，系指浓的，如盐酸，氨水等，系指浓盐酸（比重1.19），浓氨水（比重0.9）。
5. 方法中“空白试验”一语，系指与试样分析同时进行的不加试样的试验，其试验方法及试剂用量与试样分析完全一致。
6. 方法中“恒重”一语，系指先后两次烘干或灼烧称量之差，不超过 ± 0.3 毫克。

目 录

第一章 矿石分析

第一节 钼精矿分析	(1)
一、钼的测定	(1)
钼酸铅重量法	(1)
EDTA容量法	(5)
二、钨的测定	(9)
硫氰酸盐比色法	(9)
三、硅的测定	(11)
氟硅酸钾容量法	(11)
四、锡的测定	(13)
极谱法	(13)
五、铜的测定	(15)
铜试剂比色法	(15)
极谱法	(17)
六、磷的测定	(19)
硫酸铍捕集—磷钼钒比色法	(19)
硝酸浸取—磷钼钒比色法	(21)
七、砷的测定	(23)
卑磷酸盐比浊法	(23)
八、钙和镁的测定	(25)
EDTA络合滴定法	(25)
九、铅的测定	(28)

极谱法	(28)
十、水份的测定	(30)
重量法	(30)
第二节 钨精矿分析	(31)
微量铈、钼的测定	(31)
一、铈的测定	(33)
硫氰酸盐比色法	(33)
二、钼的测定	(35)
丁基罗丹明B比色法	(35)
第三节 钼铈矿分析	(36)
一、钼、铈含量的测定	(36)
色层法	(36)
二、钼、铈分量的测定	(39)
色层法	(39)
三、二氧化硅的测定	(41)
硅钼兰比色法	(41)
四、磷的测定	(43)
磷钒钼黄比色法	(43)
五、铈的测定	(45)
钒酸铵容量法	(45)
萃取比色法	(47)
六、稀土总量和钍的连续测定	(49)
草酸盐沉淀重量法	(49)
偶氮胂Ⅲ比色法	(53)
七、钍的测定	(57)
苯甲酸沉淀重量法	(57)
八、铁的测定	(59)

高锰酸钾容量法	(59)
九、钨的测定	(60)
硫氰酸盐比色法	(60)
十、钼的测定	(62)
硫氰酸盐比色法	(62)
十一、钛的测定	(62)
过氧化氢比色法	(62)

第二章 金属及其氧化物、合金中杂质分析

第一节 钨、钼及其氧化物中杂质的分析	(65)
一、钨条、钨粉、三氧化钨中磷的测定	(65)
磷钼兰比色法	(65)
二、钼条、钼粉中磷的测定	(69)
磷钼兰比色法	(69)
第二节 钽、铌及其氧化物中杂质的分析	(72)
一、铌及其氧化物中钽的测定	(72)
孔雀绿比色法	(72)
二、钽及其氧化物中铌的测定	(74)
硫氰酸盐比色法	(74)
三、钽及其氧化物中铁的测定	(77)
邻位二氮菲比色法	(77)
四、钽、铌及其氧化物中磷的测定	(79)
磷钼兰比色法	(79)
磷钼黄比色法	(81)
五、钽、铌及其氧化物中硅的测定	(83)
硅钼兰比色法	(83)
六、钽及其氧化物中钛的测定	(85)

变色酸比色法·····	(85)
七、钽、铌及其氧化物中锰的测定·····	(87)
高锰酸根比色法·····	(87)
八、钽、铌及其氧化物中铝的测定·····	(89)
铝试剂比色法·····	(89)
九、钽及其氧化物中镍的测定·····	(91)
二甲基乙二醛肟比色法·····	(91)
十、钽、铌及其氧化物中钨的测定·····	(93)
硫氰酸盐比色法·····	(93)
萃取比色法·····	(95)
十一、钽、铌及其氧化物中钼的测定·····	(97)
硫氰酸盐比色法·····	(97)
十二、钽、铌及其氧化物中钒的测定·····	(99)
二苯胺磺酸钠比色法·····	(99)
十三、钽、铌氧化物中氟的测定·····	(101)
二甲酚橙比色法·····	(101)
十四、铌及其氧化铌中铁、钛、镍、铜的测定·····	(104)
比色法·····	(104)
第三节 合金的分析·····	(106)
一、铌基合金中钨、钼的测定·····	(106)
硫氰酸盐比色法·····	(106)
二、铌基合金中钛的测定·····	(109)
过氧化氢比色法·····	(109)
三、铌基合金中锆的测定·····	(111)
二甲酚橙比色法·····	(111)
四、铌基合金中钨、钼、钛的测定·····	(113)
比色法·····	(113)

五、铌钛合金中钛的测定	(116)
铝片还原容量法	(116)
六、铌钼合金中钼的测定	(117)
EDTA 容量法	(117)
七、钨钴铌合金中铌的测定	(120)
色层法	(120)

第三章 金属及其化合物、合金中的气体分析

第一节	金属及其合金中氧和氢的分析	(123)
一、钨、钼中氧和氢的测定	(123)	
真空熔融—微压法	(123)	
真空熔融—气相色谱法	(130)	
二、钽、铌中氧和氢的测定	(133)	
真空熔融—气相色谱法	(133)	
三、铌、钽及合金粉末中氧的测定	(139)	
脉冲—电导法	(139)	
第二节	金属及其化合物中碳的分析	(144)
一、铌、钽中微量碳的测定	(144)	
电导法	(144)	
热导法	(146)	
二、碳化铌、碳化钽中总碳的测定	(150)	
气体容量法	(150)	
三、铌中总碳的测定	(152)	
气体容量法	(152)	
四、钽中总碳的测定	(153)	
气体容量法	(153)	
五、碳化铌、碳化钽中游离碳的测定	(153)	

	气体容量法.....	(153)
	六、钨、钼中碳的测定.....	(154)
	库仑法.....	(154)
第三节	金属及其化合物中氮的分析.....	(160)
	一、高纯钨、钼中微量氮的测定.....	(160)
	比色法.....	(160)
	二、铌、钽中氮的测定.....	(164)
	容量法.....	(164)
	三、氟钨酸钾中氮的测定.....	(168)
	容量法.....	(166)

第四章 金属及其氧化物、合金的光谱定量分析

第一节	三氧化钨、三氧化钼中杂质的光谱分析.....	(167)
	一、三氧化钨中杂质的测定.....	(167)
	二、三氧化钨中钼的测定.....	(176)
	三、三氧化钼中杂质的测定.....	(177)
	四、三氧化钼中钨的测定.....	(182)
	五、三氧化钼中钠的测定.....	(185)
第二节	氧化铌、氧化钽中杂质的光谱分析.....	(187)
	一、氧化铌中杂质的测定.....	(187)
	二、氧化铌中钽的测定.....	(191)
	三、氧化钽中杂质的测定.....	(194)
	四、氧化钽中铌的测定.....	(195)
第三节	金属及合金的X光荧光光谱分析.....	(197)
	一、钽中铌的测定.....	(197)
	二、铌中钽的测定.....	(200)
	三、铌钨钽合金中钽的测定.....	(203)

第五章 钨、钼条的金相检验

第一节	仪器、工具及材料·····	(206)
第二节	试样的制备·····	(206)
	一、试样的磨制·····	(206)
	二、试样的腐蚀·····	(207)
第三节	试样的组织检验·····	(207)
	一、孔隙度的测定·····	(207)
	二、污垢度的测定·····	(208)
	三、晶粒度的测定·····	(208)

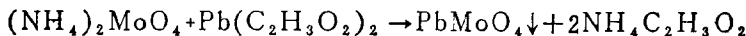
第一章 矿石分析

第一节 钼精矿分析

一、钼的测定

钼酸铅重量法

试样用硝酸—氯酸钾溶解，在醋酸—醋酸铵溶液（ $\text{PH}=5\sim7$ ）中，钼与醋酸铅反应生成沉淀，在 $550\sim600^{\circ}\text{C}$ 下灼烧，以钼酸铅形式称重。其主要反应如下：



试 剂

硝酸—氯酸钾饱和溶液；

硝酸铵；

盐酸，1:1；

硝酸；

硫酸1:1；

氨水，1:1；

抗坏血酸溶液，5 %；

三氯化铁溶液，每毫升含铁约0.001克；取三氯化铁（ $\text{FeCl}_3\cdot6\text{H}_2\text{O}$ ）48克，溶于50毫升盐酸中，用水稀释至1000毫

升；

硝酸铵洗液，3%：取硝酸铵30克，溶于1000毫升水中，用1:1氨水调至 $\text{PH} = 8 \sim 9$ ；

醋酸—醋酸铵混合液，取醋酸铵250克，于500毫升水中，加入冰醋酸150毫升，过滤后，用水稀释至1000毫升；

醋酸铅溶液，2%：取醋酸铅20克，以冰醋酸30毫升和水80毫升溶解，过滤后，用水稀释至1000毫升；

烧结剂：取无水碳酸钠66克，氧化锌33克和硝酸钾3克，研磨混匀；

硫氰酸钾溶液，30%；

硫酸高铁铵溶液：取硫酸高铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 43克于400毫升烧杯中，加入1:1硫酸20毫升，加热溶解，冷却后，移入1000毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，并摇匀；

滤纸浆：将定量滤纸3~5张剪成碎片，放入500毫升烧杯中，加水300~400毫升，煮成糊状；

甲基橙指示剂溶液，0.1%；

单宁溶液，1%；

钼标准溶液：称取三氧化钼0.1500克于300毫升烧杯中，加入20%氢氧化钠溶液2毫升和水100毫升，加热溶解。冷却后，移入1000毫升容量瓶中，用水稀至刻度，并摇匀。取此溶液100毫升于1000毫升容量瓶中，用水稀至刻度，并摇匀。其每毫升含钼0.00001克。

分 析 步 骤

称取试样0.2500克于300毫升烧杯中，加入硝酸—氯酸钾饱和溶液15毫升，盖上表面皿，于低温加热溶解，并蒸至3~5

毫升。取下稍冷后，加入盐酸10毫升，继续加热蒸发至3~5毫升。取下后，再加入盐酸10毫升，加水50毫升，并煮沸，取下稍冷后，在搅拌下缓慢加入氨水至氢氧化物沉淀，并过量20毫升。加热煮沸5~6分钟。取下后，趁热用快速滤纸过滤。沉淀用含有氨水（约3%）的热水洗涤4~5次，用水洗入原烧杯中，加入1:1盐酸10毫升溶解，用水稀释至50毫升。加入氨水25毫升，煮沸5~6分钟，用原滤纸过滤于第一次滤液中，残渣用上述洗液洗4~5次后，保留用于钼的比色补正。

将滤液体积稀至约300毫升，以甲基橙作指示剂，用1:1盐酸中和至呈酸性，并过量10~12滴。加入醋酸铵—醋酸混合液50毫升，加热至微沸。取下后，用滴定管在搅拌下缓慢加入醋酸铅溶液至与单宁外指示剂不呈黄色反应，并过量2~3毫升。加入少量纸浆，加热至微沸，并在温热处静止30分钟。取下后，用中速定量滤纸过滤。用小片滤纸擦净粘附在烧杯壁和玻璃棒上的沉淀后，用热醋酸铵—醋酸洗液洗涤沉淀10~12次，并连同滤纸一起移入已知重的瓷坩埚中。烘干灰化后，在550~600°C的高温炉中灼烧至恒重。

有钨存在时（其含量不大于2%），钼的测定步骤如下：

称取试样0.2500克于300毫升烧杯中，加入硝酸20毫升，盖上表面皿，加热溶解，并蒸至3~5毫升。取下稍冷后，加入盐酸10毫升，继续加热蒸至3~4毫升。取下后，加入盐酸10毫升和水50毫升，并煮沸。趁热用快速滤纸过滤，沉淀用含有1%盐酸的热水洗涤7~8次。洗涤烧杯2~3次。用1:1的氨水将烧杯上的粘附物转入滤液中，并用水洗净。滤纸和残渣保留。

滤液加入三氯化铁溶液6毫升，和硝酸铵2~3克，并煮沸。稍冷后，在搅拌下缓慢加入氨水至氢氧化物沉淀，并过量

10毫升。加热煮沸至呈微氨味。取下后，用1:1盐酸和1:1氨水调至 $\text{PH} = 8 \sim 9$ 。用快速滤纸过滤，沉淀用热的硝酸铵洗液洗涤4~5次，并用水洗入原烧杯中。加入1:1盐酸10毫升溶解，用水稀释至50毫升，加入氨水15毫升，煮沸至微氨味。然后用同样方法调至 $\text{PH} = 8 \sim 9$ ，用原滤纸过滤于第一次滤液中，沉淀用上述洗液洗涤4~5次后，与酸不溶残渣合并，用于钼的比色补正。

将滤液体积稀至约300毫升后，以下按分析步骤中沉淀钼酸铅的手续进行。

残渣中钼的补正：

将保留的残渣及氢氧化物沉淀放入30毫升瓷坩埚中，小心灰化后，加入烧结剂2~3克，用玻璃棒仔细搅拌，表面再复盖烧结剂1~2克，玻璃棒用小片滤纸擦净。然后于 $700 \sim 750^\circ\text{C}$ 的高温炉中烧结30~40分钟，取出冷却后，将烧结块小心移入300毫升烧杯中，用30~40毫升水洗净坩埚，加热煮沸，使可溶盐类溶解。取下冷却后，移入100毫升容量瓶中，以水稀释至刻度，并混匀。用干滤纸过滤，弃去最初部分滤液。吸取适量（视钼的含量而定）试液于50毫升容量瓶中，以酚酞作指示剂，用1:1硫酸中和至无色，并过量10毫升，加水至30毫升，加入硫酸高铁铵溶液1毫升，硫氰酸钾溶液3毫升和抗坏血酸溶液5毫升（每加一种试剂后充分混匀）。用水稀释至刻度，并混匀。30分钟后，在波长460毫微米、液槽厚度1厘米的条件下，以蒸馏水作比较液，测量光密度。

同时，以不含钼、铁的按上述步骤制备的溶液作空白试验，对结果进行校正。

标准曲线的绘制：取钼标准溶液2、6、8、10、12、14、16、18、20毫升，分别放入50毫升容量瓶中，加入1:1硫酸10