

引文格式:李方杰,佺云,马晓卉. 钼酸铅重量法测定铁钼催化剂中钼含量[J]. 中国有色冶金, 2024, 53(6): 138-143.

LI Fangjie, XIAN Yun, MA Xiaohui. Determination of molybdenum in iron-molybdenum catalyst by lead molybdate gravimetric method[J]. China Nonferrous Metallurgy, 2024, 53(6): 138-143.

# 钼酸铅重量法测定铁钼催化剂中钼含量

李方杰, 佺云, 马晓卉

(沈阳有色金属研究院有限公司, 辽宁 沈阳 110141)

**[摘要]** 铁钼催化剂材料在化工领域应用十分广泛,不同钼含量的铁钼催化剂在不同的催化反应中具有不同的催化性质和催化效果,钼含量的准确分析对铁钼催化剂的生产具有指导作用。目前国家标准和行业标准中针对钼含量的测定分析主要是钼铁(钼含量50%~75%)和钼精矿(钼 $\geq$ 40%),而铁钼催化剂中钼含量通常在20%~50%之间,且含有其他元素,样品前处理方法与国家标准和行业标准存在差别,需要建立新的分析条件参数满足生产需求。本研究考察了溶样条件、沉淀生成参数、灼烧温度等对测定结果的影响,对条件参数进行了优化,确定最佳条件为四酸( $\text{HCl} + \text{HNO}_3 + \text{HF} + \text{HClO}_4$ )溶样法溶解样品、乙酸铅沉淀剂滴加速度3~5滴/s、沉淀陈化时间45 min、陈化温度70 $^{\circ}\text{C}$ 、沉淀洗涤次数15次、沉淀灼烧温度550 $^{\circ}\text{C}$ ,在此条件参数下,钼酸铅重量法可有效分析铁钼催化剂中钼的含量,相对标准偏差在0.20%以下,样品的加标回收率在98.0%~101.4%之间,能够满足铁钼催化剂中钼含量测定的准确分析要求。但由于钨对钼含量测量产生干扰,因此本试验方法不适用于含钨的铁钼催化剂试样。

**[关键词]** 钼酸铅重量法; 铁钼催化剂; 钼测定; 溶样条件; 沉淀生成参数; 灼烧温度; 钨

**[中图分类号]** TF125; TF801+.3 **[文献标志码]** A **[文章编号]** 1672-6103(2024)06-0138-06

**DOI:**10.19612/j.cnki.cn11-5066/tf.2024.06.016

## 0 引言

铁钼催化剂是一种由铁和钼等元素组成的重要催化剂,可以有效促进某种化学反应发生,从而产生新物质或改变原有物质的主要性质,具有较高的效率。铁钼催化剂通常以氧化物形式存在,如铁钼氧化物( $\text{Fe-Mo-O}$ ),也可能含有其他金属元素,如钴(Co)和镍(Ni),以提高其催化活性和稳定性。其中,钼是铁钼催化剂的主要成分,含量通常为20%~50%,铁也是铁钼催化剂的重要成分,含量通常为10%以上。此外,铁钼催化剂中还可能包含其他元素,如钴、镍等元素通常占比为8%以上。铁钼催化剂的应用极其广泛,被广泛用于各种化工产品的生产加工和研究<sup>[1]</sup>。在电子工业中,铁钼催化

剂可以被用来合成高级有机分子;在电化学领域,铁钼催化剂可以用来实现电积过程的加速;在石化工业中,铁钼催化剂可用来制造各种烯烃;在食品工业中,铁钼催化剂可以用来加工食品,使其口感更好。此外,铁钼催化剂虽不能直接冶炼金属,但可以在金属冶炼过程中起到重要的催化作用<sup>[2]</sup>。不同钼含量的铁钼催化剂在不同的催化反应中具有不同的催化性质和催化效果。一般来说,钼含量越高,催化活性越强,但是过高的钼含量会导致催化剂的稳定性下降。因此,铁钼催化剂中钼含量的准确分析,对铁钼催化剂的生产应用具有指导作用。

铁钼催化剂中钼的分析方法尚无相应的国家及行业标准,可参考的文献资料稀少。

钼常见的分析方法主要包括重量法<sup>[3-6]</sup>、分光光度法<sup>[7-8]</sup>、EDTA容量法<sup>[9]</sup>、催化极谱法<sup>[10]</sup>、电感耦合等离子体质谱法<sup>[11]</sup>、电感耦合等离子体原子发射光谱法<sup>[12]</sup>、原子吸收分光光度法<sup>[13]</sup>、X-射线荧光光谱法等<sup>[14]</sup>。分光光度法、催化极谱法、电感耦合

[收稿日期] 2024-06-16

[第一作者] 李方杰(1996—),女,硕士,研究方向为分析化学。

[通信作者] 马晓卉(1984—),女,硕士,高级工程师,主要从事有色金属、合金、贵金属、钢铁等分析检测工作。

等离子体质谱法、电感耦合等离子体原子发射光谱法、原子吸收分光光度法等,不适宜于钼含量在30%以上的物料分析。X-射线荧光光谱法因仪器昂贵、成本较高、需要标样、谱线受干扰等因素,不能作为广泛方法进行推广。钼酸铅重量法、偏钒酸铵容量法和8-羟基喹啉重量法都适用于高钼含量的分析,其中钼酸铅重量法分析简便,准确度高、稳定性好,并且一直作为国家标准和行业标准使用<sup>[15]</sup>,因此,本文选用钼酸铅重量法研究分析铁钼催化剂中钼的含量。

由于国家标准和行业标准中的钼酸铅重量法针对的是钼铁(钼含量50%~75%)和钼精矿(钼≥40%),而铁钼催化剂中钼含量通常在20%~50%之间,且含有其他元素,样品前处理方法与国家标准和行业标准存在差别,需要试验探究。本研究对铁钼催化剂材料的溶样条件、沉淀生成的影响因素以及灼烧温度等因素进行了考察,通过滤渣高温灼烧至恒重,计算得出铁钼催化剂中钼的含量。结果表明,该方法准确快速、准确度高、稳定性好,且适用于各种铁钼催化剂中钼含量的分析,有广泛的借鉴和参考价值,可在行业内推广。

## 1 试验介绍

### 1.1 试验试剂与仪器

1) 试剂。试验用到的试剂有盐酸(分析纯)、硝酸(分析纯)、氢氟酸(分析纯)、高氯酸(分析纯)、冰乙酸(分析纯)、乙二胺四乙酸(EDTA)溶液(50 g/L)、乙酸铵溶液(50 g/L)、乙酸铅溶液(20 g/L)、硝酸铵溶液(50 g/L)、氢氧化铵(分析纯)等。试验使用试剂均来自于国药集团化学试剂有限公司。

2) 仪器。试验用到的设备有马弗炉(SX<sub>2</sub>-4-10,沈阳市节能电炉厂)、瓷坩埚、玻璃漏斗等。

### 1.2 分析方法

称取试样0.4 g(精确至0.000 1 g)置于250 mL烧杯中,加入15 mL盐酸、1 mL氢氟酸,盖上表面皿,低温加热;微沸后取下,加入10 mL硝酸,电热板加热至试样溶解,加入2 mL高氯酸,高温加热至近干,取下,冷却;用水吹洗表面皿及杯壁,加入10 mL盐酸,加热至盐类溶解,溶液呈澄清透明状,取下;使用致密定量滤纸过滤,保留滤液至400 mL烧杯中,用水吹洗烧杯和滤纸各6遍,加水至100 mL及EDTA溶液15 mL,用氢氧化铵调节溶液呈稳定红色,

再以盐酸(1:1)调节至红色恰好消失;加入乙酸铵溶液10 mL,冰乙酸10 mL,加入热水稀释至250 mL,加热至溶液沸腾;在沸腾状态下滴加乙酸铅溶液至出现沉淀,再以3~5滴/s的速度逐滴加入50 mL乙酸铅溶液,继续保持沸腾状态15 min;在70℃下,静置沉淀45 min,用盛有少量滤纸浆的致密定量滤纸过滤;将沉淀全部转移到滤纸上后,以热硝酸铵溶液洗涤烧杯和玻璃棒6次,洗涤沉淀15次;将沉淀和滤纸置于恒重的瓷坩埚中,灰化,置于550℃的马弗炉中灼烧30 min称重,再灼烧至恒重,放入干燥器中,冷却,称量,根据称量差值计算钼的含量。

### 1.3 计算方法

Mo含量计算见式(1)。

$$W_{Mo} = \frac{[(m_4 - m_3) - (m_2 - m_1)] \times 0.2614}{m} \times 100\% \quad (1)$$

式中: $W_{Mo}$ 为测定钼含量,%; $m_4$ 为钼酸铅沉淀和坩埚的重量,g; $m_3$ 为空白坩埚的质量,g; $m_2$ 为空白试验中坩埚和钼酸铅沉淀的重量,g; $m_1$ 为空白试验中空白坩埚的质量,g; $m$ 为试样重量,g;0.2614为钼酸铅换算成钼的系数。

## 2 结果与讨论

### 2.1 试验数据分析

按照上述分析方法选用5组铁钼催化剂样品进行平行试验,如表1所示。试验结果表明,不同的铁钼催化剂中钼含量的测定结果精密度良好,试验方法具有一定的稳定性。另外,按照上述分析方法测定钼精矿标准物质中的钼含量,试验结果见表2。YS/T 555.1—2009(钼精矿化学分析方法 钼量的测定钼酸铅重量法)规定,钼含量≥40.00%~50.00%,允许差为0.40%。由表2可以看出,使用

表1 不同铁钼催化剂钼含量测定的分析结果  
Table 1 The experimental results of molybdenum content in different iron-molybdenum catalyst

样品	重量法测得值/%	平均值/ %	相对标准 偏差/%
催化剂1 <sup>#</sup>	39.40,39.35,39.47	39.40	0.15
催化剂2 <sup>#</sup>	39.56,39.59,39.50	39.55	0.12
催化剂3 <sup>#</sup>	39.89,39.78,39.84	39.84	0.14
催化剂4 <sup>#</sup>	45.11,45.28,45.21	45.20	0.19
催化剂5 <sup>#</sup>	47.63,47.76,47.82	47.74	0.20

表2 钼标准物质中钼含量的测定结果

Table 2 Determination of molybdenum content in molybdenum reference materials

试验编号	标准样品编号	测定值/ %	标准值/ %	误差/ %	标准允 许差/%
No. 1		40.59		0.24	
No. 2	GBW 07199	40.70	40.83	0.13	0.40
No. 3		40.63		0.20	

本试验方法测得的钼标准物质中钼含量值与标准值的差值均小于0.40%，说明本试验方法具有一定的准确度和可信度。因此，本试验方法可作为铁钼催

化剂中钼含量的测定推广，具有一定的实用价值和借鉴意义。

### 2.2 溶样条件的选择

以催化剂1#样品为例，称样量0.4000g，使用不同溶解条件，消解后第一次过滤后洗涤的滤纸及残渣放入铂金坩埚低温灰化后，放置550℃马弗炉中灼烧20min，取出冷却，加入无水碳酸钠与无水碳酸钾为1:1的混合溶剂2g，于1000℃马弗炉中熔融至透明，取出；用盐酸酸化并浸出，该溶液定容至250mL容量瓶中，用电感耦合等离子体发射光谱仪测定。不同溶解条件下的试验结果见表3。

表3 溶样条件验证

Table 3 Sample dissolution condition verification

试验编号	溶样条件	样品现象	残渣含钼量/%
No. 1	HCl + HNO <sub>3</sub>	较多不溶物	2.51
No. 2	HCl + HNO <sub>3</sub> + HF	部分不溶物，有黑色渣	0.86
No. 3	HCl + HNO <sub>3</sub> + HF + HClO <sub>4</sub>	部分盐类沉淀，几乎没有黑色沉渣	0.004

由表3可知，使用四酸(HCl + HNO<sub>3</sub> + HF + HClO<sub>4</sub>)溶样法溶解铁钼催化剂类样品为最佳溶样方法。

### 2.3 沉淀过程对于钼测定结果的影响

本文采用钼酸铅重量法测定催化剂中钼的含量，因此沉淀生成过程的不同因素变化会对钼含量测定造成一定的影响，因此本文就钼酸铅沉淀生成过程，对沉淀剂的加入速度、沉淀陈化时间、陈化温度、洗涤次数等展开深入讨论，考察沉淀过程参数对钼测定结果的影响，条件试验均采用催化剂1#样品作为研究对象。

#### 2.3.1 沉淀剂加入速度

在弱酸性溶液中，加入EDTA溶液掩蔽消除铁等元素干扰，在乙酸和乙酸铵溶液中加入乙酸铅使催化剂中的钼沉淀。当沉淀剂乙酸铅加入过快时，产生“局部过饱和，来不及扩散”等现象，导致钼酸铅沉淀表面积过大，吸附杂质的量增大，因此，形成的晶体纯度差。为避免此现象的发生，滴加沉淀剂乙酸铅的同时应不断搅拌，并控制滴加速度为3~5滴/s。

#### 2.3.2 沉淀陈化时间

按照1.2分析方法，其他条件保持不变，只改变陈化时间，考察陈化时间对测定钼含量的影响。试

验中将陈化时间分别设定为15、30、45、60、75、90min，结果见图1。图1表明，陈化时间增加有利于沉淀反应完全，催化剂中的钼能够完全测定出来。陈化时间为0~45min时，测定钼含量随着陈化时间的增加而增加；陈化时间大于45min后，测定钼含量趋于平稳，接近真实值。因此，为了实现该方法的快速分析，确定最佳陈化时间为45min。

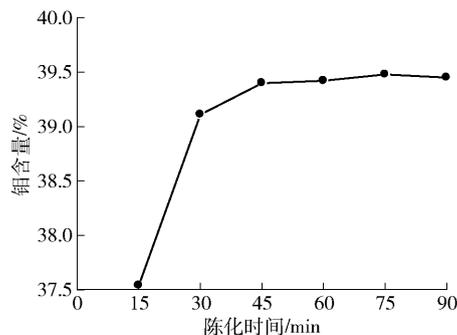


图1 不同陈化时间钼含量的变化

Fig. 1 Variation of molybdenum content at different aging times

#### 2.3.3 沉淀陈化温度

按照1.2分析方法，其他条件保持不变，只改变陈化温度，考察陈化温度对测定钼含量的影响。试验中将陈化温度分别设定为30、50、70、90℃，结果

见图2。图2表明,在陈化温度为70℃时,测定钼含量更接近样品真实值。

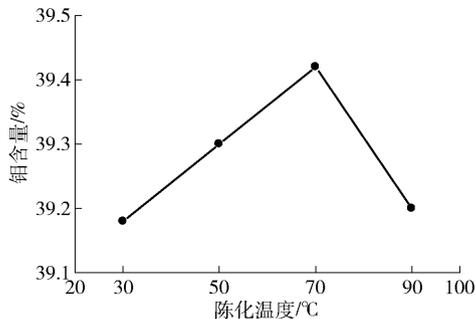


图2 不同陈化温度钼含量的变化

Fig. 2 Variation of molybdenum content at different aging temperature

经分析发现,沉淀过程为沸腾状态下滴加乙酸铅溶液至沉淀完全,此时溶液温度高可有效加快离子之间的扩散速度,从而加快晶体生成,并有利于获得较大较纯的钼酸铅晶体颗粒,减少杂质的吸附,但陈化温度过高,会造成溶液表面形成的钼酸铅沉淀飞溅,使测量结果偏低;温度低于70℃时,会造成部

分沉淀不完全以及晶体颗粒较小,过滤时出现跑滤现象,从而造成结果偏低。故本研究选择沉淀陈化温度为70℃。

### 2.3.4 沉淀洗涤次数

为了消除沉淀表面附着的氯离子等的影响,本文考察了洗涤次数(0、5、10、15、20、25次)对测定钼含量的影响。结果表明,当沉淀次数小于15次时,钼测定结果随着洗涤次数的增加而减小,而当洗涤次数大于15时,钼的含量测定结果趋于稳定。因此,为了完全消除氯离子等的影响并缩短分析时间,本文沉淀洗涤次数选择为15次。

### 2.4 灼烧温度的选择

灼烧温度对试验结果影响较大。温度过高,钼酸铅沉淀分解,导致测定结果偏低;温度过低,除钼酸铅外的杂质不能充分去除,因此,理想的灼烧温度是本试验成功的关键因素之一。本文对马弗炉的灼烧温度进行条件试验,选用钼含量为39.46%的铁钼催化剂样品进行条件试验,试验温度设置范围在500~700℃,结果见表4。

表4 灼烧温度是试验结果的影响

Table 4 The effect of temperature in the experiments

灼烧温度/°C	500	520	540	550	570	590	610	650	700
钼的含量/%	41.54	40.27	39.45	39.40	39.41	39.38	38.30	37.56	37.05

由表4可知,灼烧温度在540~590℃之间结果趋于平稳,本试验选取550℃为最佳沉淀灼烧温度。

### 2.5 加标回收试验

选取催化剂1#样品进行加标回收试验,进一步验证试验的准确性。准确称取5份0.4000g样品,使用四酸(HCl + HNO<sub>3</sub> + HF + HClO<sub>4</sub>)溶样法将样品溶解成澄清透明液体,然后分别加入10 mL、20 mL、30 mL、40 mL、50 mL的钼标准溶液(1000 μg/mL),则钼的加入量依次为10 mg、20 mg、30 mg、40 mg、50 mg,按照1.2分析方法对样品进行后续处理,并计算加标后钼含量,结果见表5。结果表明,加标回收率在98.0%~101.4%之间,说明试验方法正确可行。

### 2.6 精密度试验

按照上述试验方法,对催化剂1#样品进行11次钼的测定,结果见表6。试验结果的相对标准偏差为0.14%,说明试验精密度良好。

表5 钼的加标回收试验

Table 5 The experiment on recovery of molybdenum by adding standard

样品名称	加入前测 得值/%	加入量/ mg	加入后测 得值/%	加入后理 论值/%	回收率/ %
催化剂1#	39.40	10	41.85	41.90	98.0
		20	44.47	44.40	101.4
		30	46.82	46.90	98.9
		40	49.50	49.40	101.0
		50	51.85	51.90	99.6

表6 精密度结果

Table 6 Results of precision test

样品名称	测得值/%	平均值/ %	相对标准 偏差/%
催化剂1#	39.40, 39.35, 39.47, 39.38, 39.49, 39.34, 39.38, 39.46, 39.50, 39.42, 39.45	39.42	0.14

### 3 结论

针对目前国家标准和行业标准的钼酸铅重量法不适用于钼催化剂中钼含量测定的问题,本文对溶样条件、沉淀生成参数、灼烧温度等进行了考察,确定了最优条件,并对方法的回收率和精密度的进行了分析,得到以下主要结论。

1)测定铁钼催化剂中钼含量的最佳条件为四酸( $\text{HCl} + \text{HNO}_3 + \text{HF} + \text{HClO}_4$ )溶样法溶解样品、乙酸铅沉淀剂滴加速度 $3 \sim 5$ 滴/s、沉淀陈化时间 $45 \text{ min}$ 、陈化温度 $70 \text{ }^\circ\text{C}$ 、沉淀洗涤次数 $15$ 次,沉淀灼烧温度 $550 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

2)该方法的加标回收率为 $98.0\% \sim 101.4\%$ ,说明试验方法正确可行;相对标准偏差为 $0.14\%$ ,说明试验精密密度良好。

3)本方法适用于铁钼催化剂类材料中钼含量的测定,能有效准确分析钼的含量,可满足大批量的铁钼催化剂材料中钼含量测定的生产要求。但由于钨对钼含量测量产生干扰,因此本试验方法不适用于含钨的铁钼催化剂试样。

#### [参考文献]

- [1] 高甲友. 单扫描示波极谱测定豆类中的痕量钼[J]. 安徽工业大学学报, 2006, 23(1):44-46.  
GAO Jiayou. Determination of trace amounts of molybdenum (VI) in legume sample by single sweep oscillopolarography[J]. Journal of Anhui University of Technology (Natural Science), 2006, 23(1):44-46.
- [2] 张朝晖, 李东林, 邢相栋, 等. 钼在合金钢冶炼中的应用现状和发展前景[J]. 钢铁研究学报, 2020, 32(1): 1-8.  
ZHANG Zhaohui, LI Donglin, XING Xiangdong, et al. Application status and development prospect of molybdenum in alloy steel smelting[J]. Journal of Iron and Steel Research, 2020, 32(1): 1-8.
- [3] 何美容, 罗喜清, 陈君. 钼铁中钼的快速分析[J]. 中国无机分析化学, 2011, 1(3): 53-54, 68.  
HE Meirong, LUO Xiqing, CHEN Jun. Rapid analysis of molybdenum element in molybdenum-iron[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2011, 1(3): 53-54, 68.
- [4] 张东雯, 任娟玲. 全面解析钼酸铅重量法测定焙烧钼精矿中的钼[J]. 中国钼业, 2016, 40(1): 41-43.  
ZHANG Dongwen, REN Juanling. Comprehensive analysis of determining the content of molybdenum in the roasting molybdenum concentrate by the gravimetric method of lead molybdate[J]. China Molybdenum Industry, 2016, 40(1): 41-43.
- [5] 张涛, 辛雯静, 康宁莉. 焙烧钼精矿中钼含量测定方法改进探讨[J]. 中国钼业, 2020, 44(4): 55-57.  
ZHANG Tao, XIN Wenjing, KANG Ningli. Improvement of determination method of molybdenum content in roasted molybdenum concentrate[J]. China Molybdenum Industry, 2020, 44(4): 55-57.
- [6] 雷红红, 周详, 史锐奇, 等. 钼酸铅重量法测定钼铁中钼的方法改进[J]. 冶金分析, 2022, 42(5): 85-90.  
LEI Honghong, ZHOU Xiang, SHI Ruiqi, et al. Improvement of determination method of molybdenum in ferromolybdenum by lead molybdate gravimetric method[J]. Metallurgical Analysis, 2022, 42(05): 85-90.
- [7] 王娜, 陈枫, 王家松, 等. 酸溶-碱提取-硫氰酸盐分光光度法测定岩石矿物中的钼含量[J]. 理化检验(化学分册), 2019, 55(12): 1455-1459.  
WANG Na, CHEN Feng, WANG Jiasong, et al. Determination of molybdenum in rocks and minerals by spectrophotometry with thiocyanate after acid dissolution-alkali extraction[J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2019, 55(12): 1455-1459.
- [8] 王冀艳, 闫红岭, 刘勉, 等. 酸溶-硫氰酸钾分光光度法测定矿石中钼[J]. 理化检验-化学分册, 2016, 52(12):1400-1403.  
WANG Jiyan, YAN Hongling, LIU Mian, et al. Spectrophotometric determination of molybdenum in ores with acid-dissolution and potassium thiocyanate[J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2016, 52(12): 1400-1403.
- [9] 朱江. 矿石中钼的容量法测定[J]. 中国化工贸易, 2012, 4(10): 93-93.  
ZHU Jiang. Determination of molybdenum in ores by volumetric method[J]. China chemical trade, 2012, 4(10): 93-93.
- [10] 陈志慧, 孙洛新, 钟莅湘, 等. 快速催化极谱法测定土壤中的有效态钼[J]. 岩矿测试, 2014, 33(4): 584-588.  
CHEN Zhihui, SUN Luoxin, ZHONG Lixiang, et al. Determination of available molybdenum in soil by rapid catalytic polarography[J]. Rock and Mineral Analysis, 2014, 33(4): 584-588.
- [11] 徐进力, 邢夏, 刘彬, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定铁矿石中的痕量钼元素[J]. 质谱学报, 2018, 39(2): 240-249.  
XU Jinli, XING Xia, LIU Bin, et al. Determination of trace element molybdenum in iron ore by inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Journal of Chinese Mass Spectrometry Society, 2018, 39(2): 240-249.
- [12] 黄超冠, 蒙义舒, 郭焕花, 等. 过氧化钠碱熔-电感耦合等离子体发射光谱法测定钛铝合金中的铬铁钼硅[J]. 岩矿测试, 2018, 37(1): 30-35.  
HUANG Chaoguan, MENG Yishu, GUO Huanhua, et al. Determination of chromium, iron, molybdenum and silicon in Ti-Al alloy by inductively coupled plasma-optical emission

- spectrometry with sodium peroxide alkali fusion [J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2018, 37(1): 30–35.
- [13] 谢焱鑫, 刘可. 石墨炉原子吸收分光光度法测定环境土壤中的钼[J]. *低碳世界*, 2020, 10(8): 42–43.
- XIE Yanxin, LIU Ke. Determination of molybdenum in environmental soil by graphite furnace atomic absorption spectrophotometry [J]. *Low Carbon World*, 2020, 10(8): 42–43.
- [14] 韩轲. X 射线荧光光谱法同时测定钨钼锡矿石中钨、钼、锡元素含量的分析方法 [J]. *中国金属通报*, 2018(4): 232–234.
- HAN Ke. Analysis method for simultaneous determination of tungsten, molybdenum, and tin content in tungsten molybdenum tin ore by X-ray fluorescence spectroscopy [J]. *China Metal Bulletin*, 2018(4): 232–234.
- [15] 党蓓君, 杨蒙, 邱少花, 等. 混合熔剂熔融-钼酸铅重量法分析钼精矿中的钼[J]. *中国钼业*, 2019, 43(1): 38–41.
- DANG Beijun, YANG Meng, QIU Shaohua, et al. Analyzing molybdenum content in molybdenum concentrate by mixed solvent melting-lead molybdate gravimetry [J]. *China Molybdenum Industry*, 2019, 43(1): 38–41.

## Determination of molybdenum in iron-molybdenum catalyst by lead molybdate gravimetric method

LI Fangjie, XIAN Yun, MA Xiaohui

(Shenyang Research Institute of Non-ferrous Metals, Shenyang 110141, China)

**Abstract:** Iron-molybdenum catalyst materials are widely used in the chemical industry field, and have different catalytic properties and catalytic effects in different catalytic reactions because of different molybdenum contents. So the accurate analysis of molybdenum content has a guiding role in the production of iron molybdenum catalyst. At present, the determination and analysis of molybdenum content in national standards and industry standards are mainly molybdenum iron (molybdenum content 50%–75%) and molybdenum concentrate (molybdenum  $\geq$  40%), while the molybdenum content in iron molybdenum catalyst is usually between 20%–50%, and contains other elements. The sample pretreatment method is different from the national standards and industry standards, and it is necessary to establish new analysis parameters to meet the production needs. In this study, the effects of sample dissolution conditions, precipitation formation parameters and calcination temperature on the determination results were investigated, and the condition parameters were optimized. The optimum conditions were determined as follows: the sample was dissolved by four acid ( $\text{HCl} + \text{HNO}_3 + \text{HF} + \text{HClO}_4$ ), the dropping speed of lead acetate precipitant was 3–5 drops/s, the precipitation aging time was 45 min, the aging temperature was 70 °C, the precipitation washing times was 15 times, and the precipitation burning temperature was 550 °C. Under these conditions, the content of molybdenum in iron-molybdenum catalyst can be effectively analyzed. The relative standard deviation is below 0.20%, and the recovery rate of the sample is 98.0%–101.4%, which can meet the requirements of molybdenum content determination in iron-molybdenum catalyst. However, due to the interference of tungsten on the measurement of molybdenum content, this test method is not suitable for iron-molybdenum catalyst samples containing tungsten.

**Key words:** lead molybdate gravimetric method; iron-molybdenum catalyst; molybdenum determination; sample dissolution conditions; precipitation formation parameters; ignition temperature; tungsten