

ICS 77.100  
H 11



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5059.1—2014  
代替 GB/T 5059.1—1985

GB/T 5059.1—2014

## 钼铁 钼含量的测定 钼酸铅重量法、偏钒酸铵滴定法和 8-羟基喹啉重量法

Ferromolybdenum—Determination of molybdenum content—  
Lead molybdate gravimetric method, ammonium metavanadate titration method and  
8-hydroxyquinoline gravimetric method

中华人民共和国  
国家标准  
钼铁 钼含量的测定  
钼酸铅重量法、偏钒酸铵滴定法和  
8-羟基喹啉重量法  
GB/T 5059.1—2014

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
网址 www.spc.net.cn  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字  
2014年8月第一版 2014年8月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-49583 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 5059.1—2014

2014-06-09 发布

2015-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

- 5.2.4 盐酸,  $\rho=1.19$  g/mL。
- 5.2.5 硝酸, 1+3。
- 5.2.6 盐酸, 1+1。
- 5.2.7 硫酸, 1+1。
- 5.2.8 氨水, 1+1。
- 5.2.9 氢氧化钠, 460 g/L~480 g/L。
- 5.2.10 乙二胺四乙酸溶液, 100 g/L。
- 5.2.11 8-羟基喹啉溶液, 30 g/L。称取 30 g 8-羟基喹啉, 以 12 mL 冰乙酸溶解, 加入 60 mL 水并加热至约 40 °C, 滴加氨水(5.2.8)直到有少量永久性沉淀形成, 再滴加冰乙酸使沉淀恰好溶解, 冷却至室温, 以水稀释成 1 000 mL, 混匀。

### 5.3 仪器与设备

5.3.1 玻璃坩埚, 孔径 5  $\mu\text{m}$ ~10  $\mu\text{m}$ 。使用前需用硝酸溶液进行抽滤, 并用蒸馏水冲洗干净, 然后在 125 °C 干燥至恒量。使用后的坩埚用水冲去沉淀, 置于盛有 5 mL~10 mL 硫酸(5.2.7)的小烧杯中, 用硝酸(5.2.3)充满坩埚。烧杯加热至冒硫酸白烟, 冷却, 取出坩埚。在缓慢抽滤下通过约 100 mL 热水, 干燥。

5.3.2 其他为一般实验室仪器。

### 5.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样, 试样应通过 0.125 mm 筛孔。

### 5.5 分析步骤

#### 5.5.1 试料

按表 4 称取试料量, 精确至 0.000 1 g。

表 4 试料量

钼含量/%	试料量/g
50.00~60.00	1.25
>60.00~75.00	1.00

#### 5.5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 5.5.3 测定

5.5.3.1 将试料(5.5.1)置于 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 10 mL 硫酸(5.2.7), 加热但不至沸, 滴加硝酸(5.2.3)至试料溶解并过量 0.5 mL。加入 5 mL 氢氟酸(5.2.2), 加热蒸发至冒硫酸白烟 15 min, 冷却, 加入 5 mL 盐酸(5.2.4)和 5 mL 硝酸(5.2.3), 加热 10 min 并稀释至 50 mL 左右。

5.5.3.2 在 650 mL~800 mL 的高型烧杯中, 加入 50 mL 氢氧化钠溶液(5.2.9)和 50 mL 水。加热至沸, 在烧杯上放一个颈长为 75 mm、颈直径约 1 mm 的漏斗, 将溶液(5.5.3.1)缓慢地通过漏斗倒入烧杯中并保持氢氧化钠溶液继续沸腾, 用 85 °C~90 °C 的热水冲洗聚四氟乙烯烧杯, 并经漏斗倒入溶液中, 冲洗漏斗和高型烧杯上壁。煮沸 2 min~3 min, 用水稀释至约 450 mL, 冷却。将溶液移入 500 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 混匀。将原高型烧杯烘干, 将容量瓶中的溶液倒入原烧杯中, 静止 15 min~20 min。

## 前 言

GB/T 5059《钼铁》分为如下部分:

- 第 1 部分: 钼铁 钼含量的测定 钼酸铅重量法、偏钒酸铵滴定法和 8-羟基喹啉重量法;
- 第 2 部分: 钼铁 铈含量的测定 孔雀绿分光光度法;
- 第 3 部分: 钼铁 铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 5 部分: 钼铁 硅含量的测定 硫酸脱水重量法和硅钼蓝分光光度法;
- 第 6 部分: 钼铁 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法和钼蓝分光光度法;
- 第 7 部分: 钼铁 碳含量的测定 红外线吸收法;
- 第 9 部分: 钼铁 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧碘量法。

本部分为 GB/T 5059 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 5059.1—1985《钼铁化学分析方法 8-羟基喹啉重量法测定钼量》。本部分与 GB/T 5059.1—1985 相比, 除编辑性修改外, 主要技术变化如下:

- 增加了第 2 章和第 6 章内容;
- 增加了钼酸铅重量法;
- 增加了偏钒酸铵滴定法;
- 对 8-羟基喹啉重量法进行了修订。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本部分起草单位: 中钢集团吉林铁合金股份有限公司、洛阳栾川钼业集团股份有限公司。

本部分主要起草人: 高玉敏、刘冰、袁萍、李雅华、聂淑兰、田永红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5059.1—1985。

称取 1.4 g 硫酸胍,加入 2 g 氢氧化钠(4.2.2),加入 10 mL 水溶解后用水稀释至 100 mL 混匀。

#### 4.2.11 钼标准溶液:

称取 7.500 0 g 三氧化钼(基准)于 250 mL 塑料烧杯中,加入 5 g 氢氧化钠(4.2.2),加入少量水溶解后移入 1 000 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5.0mg 钼。

#### 4.2.12 偏钒酸铵标准滴定溶液 $[c(\text{NH}_4\text{VO}_3)\approx 0.010\text{ mol/L}]$ 。

##### 4.2.12.1 偏钒酸铵标准滴定溶液的配制:

称取 1.15 g 偏钒酸铵,加入 500 mL 水,加入 100 mL 硫酸(4.2.3)溶解后,冷却至室温移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,用水稀至刻度,混匀。

##### 4.2.12.2 偏钒酸铵标准滴定溶液的标定:

随同做试剂空白试验。

准确移取钼标准溶液(4.2.11)[与试料分取液(50/250)钼含量接近]于 250 mL 烧杯中,加水调整至体积约 50 mL,加入 10 mL 氟化铵溶液(4.2.9),以下同分析步骤进行。

按式(2)计算偏钒酸铵标准滴定溶液对钼的滴定度:

$$T = \frac{m_1}{V_1 - V_2} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$T$  ——偏钒酸铵标准滴定溶液对钼的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m_1$  ——移取钼标准溶液中钼的含量,单位为毫克(mg);

$V_1$  ——滴定时钼标准溶液消耗偏钒酸铵标准滴定溶液的体积,当 3 份的极差不大于 0.1 mL 时取平均值,单位为毫升(mL);

$V_2$  ——滴定时试剂空白消耗偏钒酸铵标准滴定溶液的体积,3 份取平均值,单位为毫升(mL)。

#### 4.2.13 甲基红指示剂溶液,5 g/L。称取 0.5 g 甲基红指示剂用无水乙醇溶解并稀释至 100 mL。

#### 4.2.14 N-苯基邻氨基苯甲酸指示剂溶液,2 g/L。用 2 g/L 无水碳酸钠溶液配制。

#### 4.2.15 二苯胺磺酸钠指示剂溶液,5 g/L。

### 4.3 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样,试样应通过 0.125 mm 筛孔。

### 4.4 分析步骤

#### 4.4.1 试料量

按表 2 称取试料,精确至 0.000 1 g。

表 2 试料量

钼含量/%	称取试料量/g
50.00~60.00	0.40
>60.00~75.00	0.30

#### 4.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 4.4.3 测定

##### 4.4.3.1 将试料(4.4.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(4.2.6),加入 0.2 g 氟化铵(4.2.1)、20 mL

## 钼铁 钼含量的测定 钼酸铅重量法、偏钒酸铵滴定法和 8-羟基喹啉重量法

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

GB/T 5059 的本部分规定了钼酸铅重量法、偏钒酸铵滴定法和 8-羟基喹啉重量法测定钼铁中钼含量的方法。

本部分适用于钼铁中钼含量的测定。测定范围(质量分数):50.00%~75.00%。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的,凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

### 3 方法一 钼酸铅重量法

#### 3.1 原理

试料经硝酸、氟化铵、盐酸溶解,若有残渣进行回收,用氢氧化钠分离铁等干扰元素,加入乙二胺四乙酸二钠进一步掩蔽干扰元素,在乙酸-乙酸铵存在下,钼与乙酸铅反应生成钼酸铅沉淀,经过滤,洗涤,在 550 °C 灼烧,以钼酸铅形式称量,计算钼的含量。

#### 3.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

##### 3.2.1 氟化铵,固体。

##### 3.2.2 混合熔剂,无水碳酸钠:无水碳酸钾=1:1。

##### 3.2.3 盐酸, $\rho=1.19\text{ g/mL}$ 。

##### 3.2.4 冰乙酸, $\rho=1.05\text{ g/mL}$ 。

##### 3.2.5 氨水, $\rho=0.90\text{ g/mL}$ 。

##### 3.2.6 硝酸,2+3。

##### 3.2.7 盐酸,1+1。

##### 3.2.8 氢氧化钠溶液,500 g/L。

##### 3.2.9 氨水,1+1。

##### 3.2.10 乙二胺四乙酸二钠溶液,50 g/L。

##### 3.2.11 乙酸-乙酸铵溶液,称取 250 g 乙酸铵溶解于 500 mL 水中,加入 150 mL 冰乙酸(3.2.4),过滤后