



中华人民共和国国家标准

GB/T 5059.1—2014
代替 GB/T 5059.1—1985

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

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 发布
中国国家标准化管理委员会

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。

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， $\rho=1.19$ g/mL。

3.2.4 冰乙酸， $\rho=1.05$ g/mL。

3.2.5 氨水， $\rho=0.90$ 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

用水稀释到 1 000 mL。

3.2.12 乙酸-乙酸铵洗涤液,取 100 mL 乙酸-乙酸铵溶液(3.2.11),用水稀释至 1 000 mL。

3.2.13 乙酸铅溶液,称取 40 g 乙酸铅,加 30 mL 冰乙酸(3.2.4)和 200 mL 水溶解,过滤后稀释到 1 000 mL。

3.2.14 滤纸浆,用定量滤纸撕成碎片,在热水中搅拌成糊状。

3.2.15 甲基橙指示剂溶液,1 g/L。

3.2.16 单宁外指示剂溶液,10 g/L。

3.3 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。

3.4 分析步骤

3.4.1 试料量

称取 0.50 g 试料,精确至 0.000 1 g。

3.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

3.4.3 测定

3.4.3.1 将试料(3.4.1)置于 500 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.2.6)、0.2 g 氟化铵(3.2.1),低温加热溶解后,加入 10 mL 盐酸(3.2.3),低温加热至沸并除去氮氧化物,加水调整至体积约 100 mL,加热煮沸,取下稍冷。

3.4.3.2 如有不溶性残渣,将上述溶液过滤,用热水洗涤烧杯及残渣,洗涤至滤液呈中性,保存滤液和洗液为主液。将残渣连同滤纸移入铂坩埚中,低温灰化后,置于 550 °C 马弗炉中灼烧 20 min,取出冷却后,加入 2 g 混合熔剂(3.2.2),搅拌均匀,在 950 °C~1 000 °C 高温炉中熔融至透明,取出,冷却。用水洗净坩埚外壁,放入 250 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(3.2.7),用热水浸出融块,将此溶液合并于主液中,加热调整至体积约 100 mL,取下稍冷。

3.4.3.3 将溶液(3.4.3.1)或(3.4.3.2)边搅拌边加入氢氧化钠溶液(3.2.8)至少量沉淀产生,并过量加入 10 mL。小心加热煮沸 3 min,冷却,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。用双层致密滤纸干过滤于 500 mL 三角烧瓶中,弃去初滤液。

3.4.3.4 准确移取 100.00 mL 滤液(3.4.3.3)于 500 mL 烧杯中,边搅拌边加入 25 mL 盐酸(3.2.3),煮沸,取下稍冷,加入 5 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(3.2.10),搅拌均匀,加水调整至体积约 200 mL,加入 10 mL 氨水(3.2.5),加入 1~2 滴甲基橙指示剂溶液(3.2.15),用盐酸(3.2.7)和氨水(3.2.9)调至溶液呈红色后,再过量加入 1 mL 盐酸(3.2.7)。

3.4.3.5 加入 50 mL 乙酸-乙酸铵溶液(3.2.11),加入少许滤纸浆(3.2.14),用热水稀释至体积约 300 mL,加入小块滤纸,用玻璃棒压住防止暴沸溅出,加热煮沸后,用滴管逐滴加入乙酸铅溶液(3.2.13)至单宁外指示剂溶液(3.2.16)不呈黄色,过量加入 2 mL,加热煮沸 5 min,体积要控制在 200 mL 以上,在约 70 °C 保温 40 min,取下。

3.4.3.6 用盛有少量滤纸浆的双层中速定量滤纸过滤,用小块滤纸擦净粘附在烧杯壁和玻璃棒上的沉淀,用热乙酸-乙酸铵洗涤液(3.2.12)洗净烧杯和玻璃棒,并继续用热乙酸-乙酸铵洗涤液(3.2.12)洗涤滤纸和沉淀 15~20 次。

3.4.3.7 将沉淀连同滤纸置于已恒量的瓷坩埚中,小心灰化,在 550 °C 的马弗炉内灼烧 30 min~50 min,

取出稍冷,置于干燥器中,冷却至室温称量,反复灼烧,直至恒量。

3.5 结果计算

按式(1)计算钼的含量(质量分数):

$$w(\text{Mo}) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)]}{m_0} \times 0.2613 \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- m_1 —— 钼酸铅和瓷坩埚质量,单位为克(g);
- m_2 —— 盛钼酸铅的瓷坩埚质量,单位为克(g);
- m_3 —— 空白试验残渣和瓷坩埚质量,单位为克(g);
- m_4 —— 空白试验用瓷坩埚质量,单位为克(g);
- m_0 —— 试料量,单位为克(g);
- 0.2613 —— 钼酸铅换算成钼的系数。

3.6 允许差

分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表1 允许差

%

钼含量(质量分数)	允许差
50.00~60.00	0.40
>60.00~75.00	0.50

4 方法二 偏钒酸铵滴定法

4.1 原理

试料用硝酸、氟化铵、硫酸分解,用氢氧化钠分离铁等,在氟化铵存在下,用硫酸肼还原钼,以 N-苯基邻氨基苯甲酸及二苯胺磺酸钠为指示剂,用偏钒酸铵标准滴定溶液滴定,根据偏钒酸铵标准滴定溶液的消耗量,计算钼的含量。

4.2 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。

- 4.2.1 氟化铵,固体。
- 4.2.2 氢氧化钠,固体,优级纯。
- 4.2.3 硫酸, $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ 。
- 4.2.4 磷酸, $\rho = 1.70 \text{ g/mL}$ 。
- 4.2.5 盐酸, 1+1。
- 4.2.6 硝酸, 1+1。
- 4.2.7 硫酸, 1+1。
- 4.2.8 氢氧化钠溶液, 200 g/L。
- 4.2.9 氟化铵溶液, 25 g/L。
- 4.2.10 硫酸肼溶液, 14 g/L。

称取 1.4 g 硫酸肼,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

硫酸(4.2.7)盖上表皿,加热溶解,取下稍冷,用水冲洗表皿及烧杯,取下表皿,继续加热至冒硫酸烟并保持 15 min~20 min,除尽硝酸,取下。

4.4.3.2 冷却后加约 100 mL 热水,加热至可溶性盐类溶解,取下稍冷,边搅拌边加入氢氧化钠溶液(4.2.8)至少量沉淀产生,并过量加入 20 mL,加热煮沸 3 min~5 min,取下,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

4.4.3.3 用双层致密滤纸干过滤于 500 mL 锥形瓶中,弃去初滤液,移取滤液 50.00 mL 于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 氟化铵溶液(4.2.9),加入 1 滴甲基红指示剂溶液(4.2.13),用盐酸中和溶液呈微红色,加入 45 mL 盐酸(4.2.5),加入 5 mL 硫酸肼溶液(4.2.10),加水调整至体积约 150 mL,保持溶液体积煮沸 10 min,取下,流水冷却至室温。

4.4.3.4 加入 5 mL 磷酸(4.2.4),加入 20 mL 硫酸(4.2.7)(此时溶液温度为 15 °C~30 °C),用偏钒酸铵标准滴定溶液(4.2.12)滴至淡黄色,加入 N-苯基邻氨基苯甲酸指示剂溶液(4.2.14)及二苯胺磺酸钠指示剂溶液(4.2.15)各 5 滴,继续缓慢滴定至溶液紫色突然加深且在 30s 内不褪色为终点。

4.5 结果计算

按式(3)计算钼的含量(质量分数):

$$w(\text{Mo}) = \frac{T(V - V_0)}{m_0 \times \gamma \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

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);

V ——滴定试料溶液消耗偏钒酸铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白溶液消耗偏钒酸铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料量,单位为克(g);

γ ——试液的分取比。

4.6 允许差

分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3 允许差

%

钼含量(质量分数)	允许差
50.00~60.00	0.40
>60.00~75.00	0.50

5 方法三 8-羟基喹啉重量法

5.1 原理

试料用硫酸、硝酸、氢氟酸分解,用氢氧化钠分离铁等,在乙二胺四乙酸和草酸铵存在下,钼以羟基喹啉盐形式沉淀,过滤,干燥,以无水羟基喹啉盐 $[\text{MoO}_2(\text{C}_9\text{H}_6\text{NO})_2]$ 形式称量,计算钼的含量。

5.2 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。

5.2.1 草酸铵,固体。

5.2.2 氢氟酸, $\rho=1.14\text{ g/mL}$ 。

5.2.3 硝酸, $\rho=1.42\text{ g/mL}$ 。

5.2.4 盐酸, $\rho=1.19\text{ g/mL}$ 。

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 μm ~10 μm 。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。

用快速滤纸干过滤,弃去沉淀。

5.5.3.3 移取 100 mL 溶液(5.5.3.2)置于 400 mL 烧杯中,稀释至约 200 mL,加入 10 mL 乙二胺四乙酸溶液(5.2.10)和 3 g 草酸铵(5.2.1),缓慢加热至草酸铵溶解,冷至室温,以盐酸(5.2.6)和氨水(5.2.8)调至 pH 值为 4.0(使用 pH 计),加热至沸。加入 20 mL 8-羟基喹啉溶液(5.2.11),并在加入试剂时要保证溶液继续沸腾。

5.5.3.4 在不时搅拌下于 80 ℃~90 ℃放置 5 min~10 min。用已知恒量的玻璃坩埚(5.3.1)缓慢抽滤(溶液注入坩埚中的速度,应以坩埚中溶液不超过坩埚的一半高度为限)。用带橡皮头的玻璃棒将烧杯壁上的沉淀完全移入坩埚中,用约 100 mL 80 ℃~90 ℃的热水洗涤坩埚中的沉淀。用热水洗净坩埚外壁。

5.5.3.5 将装有沉淀的坩埚置于滤纸上,在 125 ℃烘至过夜,取出,置于干燥器中,室温放置 1 h,称量。反复烘干至恒量。

5.6 结果计算

按式(4)计算钼的含量(质量分数):

$$w(\text{Mo}) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)]}{m_0} \times 0.2305 \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- m_1 —— 羟基喹啉钼和玻璃坩埚质量,单位为克(g);
- m_2 —— 盛羟基喹啉钼的玻璃坩埚质量,单位为克(g);
- m_3 —— 空白试验残渣和玻璃坩埚质量,单位为克(g);
- m_4 —— 空白试验用玻璃坩埚质量,单位为克(g);
- m_0 —— 试料量,单位为克(g);
- 0.2305 —— 羟基喹啉钼换算成钼的系数。

5.7 允许差

分析结果的差值应不大于表 5 所列允许差。

表 5 允许差 %

钼含量(质量分数)	允许差
50.00~60.00	0.40
>60.00~75.00	0.50

6 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料;
- b) 遵守本部分规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作,或者任选的操作。

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