

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

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 锑含量的测定 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;
- 一一对 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 ℃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, ρ =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,加人 150 mL 冰乙酸(3.2.4),过滤后