УДК 669.28 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МОЛИБДЕН

Методы определения углерода

ГОСТ 14338.1—82

Molybdenum.
Methods for determination of carbon

ОКСТУ 1709.

Срок действия с 01.01.84
до 01.01.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает потенциометрический и кулонометрический (при массовой доле углерода от 0,0005 до 0,5%) методы определения углерода в металлическом молибдене, молибденовом ангидриде, молибденовокислом аммонии.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 14338.0—82.

2. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА

2.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании анализируемого образца в токе кислорода в трубчатой печи при 1200—1300°С, с последующим поглощением образующейся двуокиси углерода раствором электролита.

Углекислый газ, поглощаясь электролитом, изменяет pH раствора и тем самым изменяет потенциал электрода. Электролит титруют раствором гидрата окиси бария до первоначального значения pH (9,7—10).

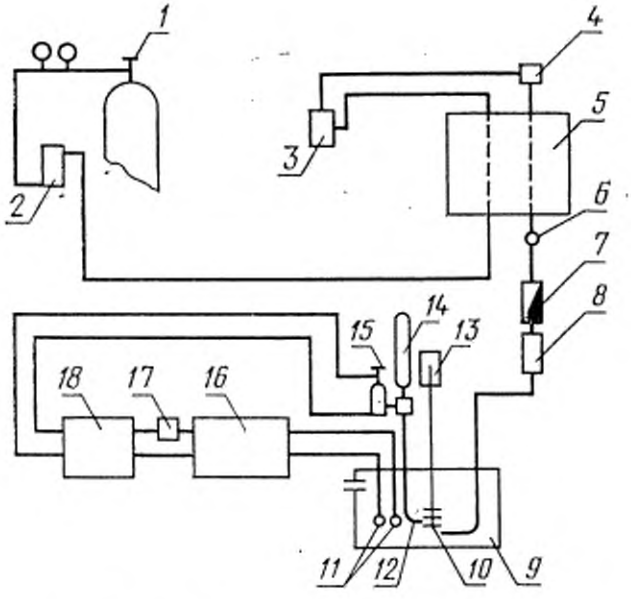
2.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Установка для определения содержания углерода, приведенная на чертеже, состоит из баллона *1* с редукционным вентилем и кислородом (ГОСТ 5583—78); ротаметра *2* типа РС-3Л или РМ-А; склянки *3* с аскаритом; загрузочного затвора *4*; двухтрубчатой пе-

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

чи *5* с силитовыми нагревателями, обеспечивающей нагрев до 1300±20°С; пылевого фильтра *6*; капиллярного дросселя *7*; склянки *8*, наполненной гранулированной двуокисью марганца; электролитической ячейки *9*, в которую помещена мешалка *10*; электродной системы *11*; капельницы *12* для ввода в ячейку титранта; электромотора *13*; бюретки *14*, вместимостью 10—25 см³; магнитного клапана *15*; pH-метра *16* типа pH-340 или pH-121; нормального элемента *17* и блока автоматического титрования *18* (БАТ-15, БАТ-12ЛМ).



Примечание. Вместо бюретки *14*, магнитного клапана *15* можно использовать автоматическую бюретку-дозатор Б-701.

Электролитическая ячейка *9* вместимостью 200 см³ может быть заменена сосудом с пористым фильтром № 2 или № 3 вместимостью 100 см³.

Нормальный элемент подключают в случае использования pH-метра pH-340 и БАТ-12ЛМ.

Допускается использовать анализатор, обеспечивающий точность не ниже указанной в стандарте.

Аммиак по ГОСТ 3760—79.

Аскарит.

Гранулированная двуокись марганца: 200 г сернокислого марганца растворяют в 2500 см³ горячей воды, затем в раствор прибавляют 25 см³ аммиака. После этого добавляют 1000 см³ 22,5%-ного раствора надсернокислого аммония, и смесь кипятят в течение 10 мин. Во время кипения прибавляют аммиак до щелочной реакции, после чего раствор выдерживают до полного выделения осадка двуокиси марганца. Осадок отфильтровывают, промывают водой и сушат при 110°С.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, 22,5%-ный раствор.

Марганец сернокислый по ГОСТ 435—77.

Известь натронная.

Лодочки фарфоровые ЛС-2, ЛС-4 по ГОСТ 9147—80.

Трубки огнеупорные муллитокремнеземистые с внутренним диаметром 20—21 мм.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, насыщенный раствор.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор электролита: 10 г хлористого бария растворяют в 1000 см³ дистиллированной воды и к полученному раствору приливают 10 см³ этилового спирта.

Бария гидрат окиси по ГОСТ 4107—78, насыщенный раствор: гидрат окиси бария растворяют в дистиллированной воде (предварительно прокипяченной в течение 2 ч и охлажденной до комнатной температуры). Полученный раствор разбавляют в 30 раз. Раствор хранят в бутылях, снабженных трубками с натронной известью.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87.

Цинка окись по ГОСТ 10262—73.

Стандартные образцы категорий ГСО, ОСО, СОП, в которых аттестованное содержание компонента не отличается от анализируемого более чем в два раза.

2.1; 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. Подготовка к анализу

К выходу pH-метра подключают блок автоматического титрования через последовательно включенный нормальный элемент. Настраивают pH-метр и блок автоматического титрования по прилагаемым инструкциям к этим приборам. Электродную систему настраивают по буферному раствору pH 9,18—9,22 (фиксанал 0,01М раствора тетраборнокислого калия).

Фарфоровые лодочки и окись цинка прокаливают в токе кислорода при 1280°С в течение 3 мин.

Электролитическую ячейку заполняют электролитом 200 см³ (а в случае ячейки с пористой перегородкой 100 см³).

Устанавливают расход кислорода 700 см³ в 1 мин. Включают БАТ на титрование и доводят pH до 10.

Сжигая 3—4 навески стандартного образца, устанавливают титр гидрата окиси бария.

Пробы молибденовокислого аммония прокаливают в муфельной печи при 400—450°С до полного окисления.

Образцы металлического молибдена очищают от возможного загрязнения, промывая в 5—10 см³ спирта.

2.4. Проведение анализа

В зависимости от массовой доли углерода в образцах берут различные навески в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля углерода, %	Масса навески, г
От 0,0005 до 0,001	2,00
Св. 0,001 » 0,005	1,00
» 0,005 » 0,05	0,50
» 0,05 » 0,5	0,25

Навеску помещают в прокаленную лодочку и тщательно перемешивают с окисью цинка в соотношении 1 : 2.

Лодочку с подготовленной пробой помещают в трубку для сжигания, закрывают затвор и на блоке автоматического титрования включают ручку «титрование». Окончание анализа фиксируют блоком автоматического титрования и по бюретке отсчитывают количество раствора гидрата окиси бария, израсходованного на титрование.

Сжигание стандартного образца для установления титра проводят после каждой пятой проанализированной пробы.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю углерода (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_0) \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидрата окиси бария, израсходованный на титрование раствора анализируемой пробы, см^3;

V_0 — объем раствора гидрата окиси бария, израсходованный на титрование раствора в контрольном опыте, см^3;

T — титр раствора гидрата окиси бария, выраженный в г/см^3 углерода;

m — масса навески образца, г.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля углерода, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0003
Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0004
» 0,0030 » 0,0060 »	0,0005
» 0,006 » 0,010 »	0,001
» 0,010 » 0,030 »	0,002
» 0,030 » 0,050 »	0,003
» 0,050 » 0,100 »	0,006
» 0,100 » 0,300 »	0,012
» 0,300 » 0,500 »	0,015

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕРОДА

3.1. Сущность метода

Метод основан на сжигании анализируемого образца в токе кислорода в трубчатой печи при 1200—1250°С с последующим поглощением образующей двуокиси углерода раствором электролита, затем электролит электролизуется для восстановления исходного pH, и по количеству израсходованного электричества в процессе электролиза измеряют содержание углерода.

3.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Кулонометрический анализатор АН-7560 или любого другого типа для данного диапазона определения содержания углерода.

Печь сопротивления, обеспечивающая нагрев до температуры (1300±20) °С.

Баллон с редукционным вентилем с кислородом по ГОСТ 5583—78.

Лодочки фарфоровые ЛС-2, ЛС-4 по ГОСТ 9147—80.

Трубки огнеупорные муллитокремнеземистые внутренним диаметром 20—21 мм.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87.

Окись цинка по ГОСТ 10262—73.

Стандартный образец СО-126. Допускается использование стандартного образца категории ОСО и СОП, в которых аттестованное содержание компонента не отличается от анализируемого более чем в два раза.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Подготовка к анализу

Фарфоровые лодочки и окись цинка прокаливают в токе кислорода при 1280°С в течение 3 мин.

Включают анализатор в сеть и настраивают. Калибруют анализатор по стандартным образцам.

Пробы молибденовокислого аммония прокаливают в муфельной печи при 400—450°С до полного окисления.

Образцы металлического молибдена очищают от возможного загрязнения, промывая в 5—10 см³ спирта.

3.4. Проведение анализа

В зависимости от массовой доли углерода в образцах берут навески в соответствии с табл. 1.

Навеску помещают в прокаленную лодочку и тщательно перемешивают с окисью цинка в соотношении 1:2.

Лодочку с подготовленной пробой помещают в трубку для сжигания, закрывают затвор и включают прибор на титрование.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовая доля углерода в процентах за вычетом массо-

вой доли углерода, найденного в контрольном опыте, соответствует показанию цифрового табло прибора.

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5.3. Метод применяют при разногласии в оценке качества молибдена.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   ИСПОЛНИТЕЛИ

   В. И. Вепринцев, С. Н. Суворова, Ю. А. Абрамов, Л. В. Михайлова, В. В. Султанян

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.09.82 № 3870**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 14338.1—74**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 435—77	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 4107—78	2.2
ГОСТ 4108—72	2.2
ГОСТ 4234—77	2.2
ГОСТ 5583—78	2.2, 3.2
ГОСТ 9147—80	2.2, 3.2
ГОСТ 10262—73	2.2, 3.2
ГОСТ 14338.0—82	1.1
ГОСТ 18300—87	2.2, 3.2
ГОСТ 20478—75	2.2

5. **Срок действия продлен до 01.01.92 Постановлением Госстандарта СССР от 21.04.88 № 1106**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (август 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1988 г. (ИУС 7—88)**

gost.e-ecolog.ru