УДК 669.85/.86.018 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ

Методы определения молибдена

Alloys and foundry alloys of rare metals. Methods for determination of molybdenum

ГОСТ 25278.6—82

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.83
до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает три метода определения молибдена:

фотометрический (от 1 до 5%) — для сплавов (лигатур) на основе ниобия (компоненты: алюминия не более 20%, ванадия не более 4%, вольфрама не более 25%, циркония не более 30%) и на основе гафния (компоненты: алюминия не более 30% ниобия не более 30%, тантала не более 30%);

дифференциальный фотометрический (от 20 до 55%) — для бинарных сплавов рений-молибден;

визуально-колориметрический (от $5 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-1}$%) — для сплавов на основе ниобия (компоненты: циркония не более 2%, титана не более 1%, тантала не более 1%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 26473.0—85.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛИБДЕНА

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения пятивалентного молибдена с роданид—ионами в солянокислой среде. Восстановителем является тиомочевина в присутствии сернокислой меди. Гидролиз ниобия и тантала предотвращают введением оксалатов: вольфрам, цирконий, гафний, алю-

gost.e-ecolog.ru

мания определению не мешают. Мешает присутствие более 400 мкг ванадия (IV) в фотометрируемом растворе.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000°С.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 1000 см³.

Микробюретка вместимостью 5 см³.

Пипетки с делениями на 5 см³.

Пипетки без деления на 5 и 10 см³.

Мензурки мерные вместимостью 50 и 100 см³.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 250 см³.

Воронки стеклянные конические.

Эксикатор с хлористым кальцием.

Кальций хлористый (плавленый) по ГОСТ 4460—77.

Тигли фарфоровые.

Бюретка вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78, раствор 40 г/дм³.

Аммоний роданистый, раствор 500 г/дм³.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, раствор 40 г/дм³.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, насыщенный раствор: 10 г тонкорастертой тиомочевины растворяют в 100 см³ воды при комнатной температуре при постоянном перемешивании (растворение происходит медленно).

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Метиловый оранжевый (индикатор), водный раствор 1 мг/дм³.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, растворы 500 и 40 г/дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, концентрированная и разбавленная 5:95.

Танин фармацевтический (ГДР), раствор 10 г/дм³ в уксусной кислоте, разбавленной 5:95, свежеприготовленный.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78.

Стандартный раствор молибдена (запасной), содержащий 1 мг/см³ молибдена: 1,840 г молибденовокислого аммония растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой.

Массовую концентрацию молибдена устанавливают гравиметрическим методом. Для этого в четыре стакана вместимостью 250 см³ отбирают пипеткой по 25 см³ стандартного раствора молибдена, приливают по 25—30 см³ воды, 10 см² аммиака, 2—3 капли раствора метилового оранжевого и нейтрализуют соляной кислотой до перехода окраски раствора из желтой в красную. Добавляют 5 см³ соляной кислоты, 20 см³ раствора уксуснокислого аммония концентрацией 500 г/дм³, 5 см³ концентрированной уксусной кислоты.

Содержимое одного из стаканов нагревают до кипения, приливают из бюретки по каплям раствор уксуснокислого свинца до просветления раствора. Осаждение молибдена считают полным, если капля испытуемого раствора, где проводится осаждение молибдена, не будет образовывать с раствором танина, нанесенным на фильтровальную бумагу, желтого пятна. К содержимому стакана приливают еще 5 см³ раствора уксуснокислого свинца. Объем раствора уксуснокислого свинца, израсходованный на осаждение молибдена, фиксируют.

Содержимое трех оставшихся стаканов нагревают до кипения и приливают в них фиксированный объем раствора уксуснокислого свинца. Стаканы выдерживают 30 мин при 60—70°С на электроплите, фильтруют горячий раствор через фильтр «синяя лента». Осадок на фильтре промывают четыре-пять раз горячим раствором уксуснокислого аммония 30 г/дм³. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы, сушат, озоляют, прокаливают при 550—600°С в муфельной печи в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливают и взвешивают до получения постоянной массы.

Массовую концентрацию (c) стандартного раствора молибдена в мг/см³ молибдена вычисляют по формуле

$$c=\frac{m\cdot 0{,}2613}{25},$$

где m — масса осадка молибдата свинца, мг;

0,2613 — коэффициент пересчета молибдата свинца на молибден.

Раствор молибдена (рабочий), содержащий 50 мкг/см³ молибдена, готовят разбавлением стандартного раствора водой в 20 раз.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в кварцевый тигель, добавляют 2—4 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при температуре 700—800°С до получения однородного плава. Плав растворяют при нагревании в 50 см³ раствора щавелево-

кислого аммония, охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки раствором щавелево-кислого аммония и перемешивают.

Раствор может быть использован для определения вольфрама по ГОСТ 25278.13—87.

Для определения молибдена в мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают аликвотную часть раствора в зависимости от содержания молибдена (табл. 1а), содержащую 100—150 мкг молибдена, приливают 12,5 см³ концентрированной соляной кислоты, 1,5 см³ раствора сернокислой меди, перемешивают и охлаждают в холодной воде до 18—20°С.

Таблица 1а

Массовая доля молибдена, %	Объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³
1	15
2	10
3	10
4	5
5	5
6	5

Добавляют 15 см³ раствора тиомочевины (при добавлении тиомочевины может образоваться осадок, который растворяется через несколько минут) и перемешивают. Через 10 мин вводят 1 см³ раствора роданистого аммония, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Через 10 мин (окрашенные растворы устойчивы в течение 45 мин) измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при λ_{max}=450 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к воде.

Массу молибдена находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вводят из микробюретки от 1,0 до 5,0 см³ рабочего раствора молибдена с интервалом 0,5 см³. Приливают 25 см³ соляной кислоты (1:1), 1,5 см³ раствора сернокислой меди, перемешивают и охлаждают в холодной воде до 18—20°С. Добавляют 15 см³ раствора тиомочевины (при добавлении раствора тиомочевины может образоваться осадок, который растворяется через несколько минут). Через 10 мин вводят 1 см³ раствора роданистого аммония, разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 10 мин (окрашенные растворы устойчивы 45 мин) измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при λ_{max}=450 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к воде.

По полученным данным строят градуировочный график в координатах: значение оптической плотности — масса молибдена. Отдельные точки графика проверяют одновременно с проведением анализа проб.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю молибдена (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot V}{m_1 \cdot V_1 \cdot 10},$$

где m — масса молибдена, найденная по градуировочному графику, мг;

V — вместимость мерной колбы, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см^3;

m_1 — масса навески анализируемой пробы, г.

2.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля молибдена, %	Допускаемые расхождения, %
1,0	0,1
2,0	0,2
3,0	0,3
4,0	0,4
5,0	0,5
6,0	0,6
10,0	1,0

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛИБДЕНА

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения пятивалентного молибдена с роданид-ионами в тартратно-солянокислом растворе. Молибден (VI) восстанавливают тиомочевиной в присутствии сернокислой меди. Рений определению не мешает.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-Н-57 или аналогичный прибор.

Плита электрическая.

Весы аналитические.
Весы технические.
Баня водяная.
Колбы конические вместимостью 100 см³.
Стекла часовые.
Колбы мерные вместимостью 50, 250 и 500 см³.
Пипетки без деления на 5, 10, 15 см³.
Пипетки с делениями на 5 см³.
Бюретка вместимостью 10 см³.
Мензурки мерные вместимостью 25 и 50 см³.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.
Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.
Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор 500 г/дм³.
Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, раствор 40 г/дм³.
Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, насыщенный раствор: 10 г тонкорастертой тиомочевины растворяют в 100 см³ воды при комнатной температуре при постоянном перемешивании (растворение происходит медленно).
Аммоний роданистый, раствор 500 г/дм³.
Молибден металлический, содержащий не менее 99,9% молибдена.

Стандартный раствор молибдена, содержащий 1,0 мг/см³ молибдена: 0,5 г металлического молибдена растворяют при нагревании в 4—5 см³ перекиси водорода. Приливают по каплям аммиак до обесцвечивания раствора, нагревают на теплой плитке и кипятят несколько минут для разрушения перекиси водорода. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и разбавляют до метки водой. Раствор молибдена (рабочий), содержащий 200 мкг/см³, готовят разбавлением стандартного раствора водой в пять раз.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании на водяной бане в 5 см³ перекиси водорода, покрыв колбу часовым стеклом, добавляя по мере необходимости дополнительные перекись водорода до полного растворения сплава. По охлаждении добавляют осторожно, небольшими порциями, 2—3 см³ аммиака и снова нагревают до обесцвечивания раствора и окончания выделения пузырьков. Раствор кипятят несколько минут для разрушения перекиси водорода. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Для определения молибдена отбирают 10, 15 или 20 см³ раствора, содержащие 1,6—1,9 мг молибдена, в мерную колбу вмес-

тимостью 50 см³. Приливают 2 см³ винной кислоты, 14 см³ соляной кислоты, 1,5 см³ раствора сернокислой меди, 15 см³ раствора тиомочевины, перемешивая после добавления каждого реактива. Охлаждают раствор в холодной воде до 15°С и оставляют стоять 10 мин. Приливают 2 см³ раствора роданистого аммония, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Через 10 мин (окрашенные растворы устойчивы в течение 45 мин) измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{max}=508$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 5 мм по отношению к раствору сравнения, содержащему 1,5 мг молибдена.

Массу молибдена находят по градуировочному графику.

3.2.2. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вводят из бюретки 7,5; 8,0; 8,5; 9,0 и 9,5 см³ рабочего раствора молибдена, что соответствует 1,5; 1,6; 1,7; 1,8 и 1,9 мг молибдена. Приливают 2 см³ винной кислоты, 14 см³ соляной кислоты, 1,5 см³ раствора сернокислой меди, 15 см³ раствора тиомочевины, перемешивая после добавления каждого реактива. Охлаждают раствор в холодной воде до 15°С и оставляют стоять 10 мин. Приливают 2 см³ раствора роданистого аммония, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов, содержащих от 1,6 до 1,9 мг молибдена, по отношению к раствору, содержащему 1,5 мг молибдена на фотоэлектроколориметре при $\lambda_{max}=508$ нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 5 мм. По полученным данным строят градуировочный график в координатах: значение оптической плотности — масса молибдена. Отдельные точки графика проверяют одновременно с проведением анализа проб.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю молибдена (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1=\frac{m\cdot V}{m_1\cdot V_1\cdot 10},$$

где m — масса молибдена, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем мерной колбы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m_1 — масса навески анализируемой пробы, г.

3.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля молибдена, %	Допускаемые расхождения, %
20,0	1,1
25,0	1,4
30,0	1,7
35,0	1,9
40,0	2,2
45,0	2,2
50,0	2,8
55,0	3,0

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ВИЗУАЛЬНО-КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛИБДЕНА В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ НИОБИЯ

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения молибдена (V) с роданид-ионами в сернокислой среде и сравнении интенсивности окраски раствора пробы с интенсивностью окраски растворов шкалы сравнения. Восстановителем молибдена является тиомочевина в присутствии сернокислой меди. Влияние ниобия и циркония устраняют введением фторидов.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Баня водяная.

Набор цилиндров для колориметрирования из бесцветного стекла с притертыми пробками высотой 25 см и диаметром 1,7 см.

Чашки платиновые вместимостью 30 см³.

Чашки стеклоуглеродные вместимостью 30 см³.

Колбы мерные вместимостью 25, 100 и 1 дм³.

Микробюретка вместимостью 5 см³.

Пипетки с делениями на 5 см³.

Пипетки без деления на 5 и 10 см³.

Мензурки мерные на 25 и 50 см³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:2.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, раствор 50 г/дм³.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86, раствор 500 г/дм³.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, раствор 40 г/дм³.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73; насыщенный раствор: 10 г тонкорастертой тиомочевины растворяют в 100 см³ воды при ком-

натной температуре при постоянном перемешивании (растворение происходит медленно).

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78.

Стандартный раствор молибдена (запасной), содержащий 1 мг/см³ молибдена: 1,840 г молибденовокислого аммония растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой. Раствор молибдена (рабочий), содержащий 20 мкг/см³ молибдена, готовят разбавлением стандартного раствора водой в 50 раз.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в платиновую (стеклоуглеродную) чашку и растворяют при нагревании на водяной бане в 2—3 см³ фтористоводородной кислоты, добавляя по каплям азотную кислоту до полного растворения навески. Раствор упаривают до влажных солей, избегая подсушивания. К остатку добавляют 3 см³ серной кислоты, 5 см³ раствора фтористого аммония и нагревают до растворения солей.

При ожидаемом содержании молибдена более 0,1% полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³ и доводят до метки водой.

4.2.2. Для определения молибдена в мерную колбу вместимостью 25 см³ отбирают 5 или 10 см³ раствора, содержащие 20—80 мкг молибдена, добавляют серной кислоты до общего объема 3 см³ (что составляет при аликвотной части 5 см³ — 2,4 см³, а при аликвотной части 10 см³ — 1,8 см³) и раствор фтористого аммония до общего объема 5 см³ (что составляет при аликвотной части 5 см³ — 4 см³, а при аликвотной части 10 см³ — 3 см³). Приливают 0,5 см³ раствора сернокислой меди, 5 см³ раствора тиомочевины, перемешивая после добавления каждого реактива, добавляют в колбу воды до общего объема около 22 см³, перемешивают. Раствор охлаждают до 15—20°С (в холодной воде) и через 15 мин приливают 2 см³ раствора роданистого аммония, доводят до метки водой, тщательно перемешивают. Через 20 мин раствор переводят из мерной колбы в сухой цилиндр для колориметрирования и сравнивают окраску анализируемого раствора со шкалой растворов сравнения.

4.2.3. При ожидаемом содержании молибдена менее 0,1% полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³, смывая чашку небольшим количеством воды так, чтобы общий объем раствора в колбе был не более 15 см³. Приливают 0,5 см³ раствора сернокислой меди, 5 см³ раствора тиомочевины, перемешивая после добавления каждого реактива. Раствор охлаждают до 15—20°С (в холодной воде) и через 15 мин приливают 2 см³ раствора роданистого аммония, доводят до метки водой, тщательно перемешивают. Через 20 мин раствор переводят из

мерной колбы в сухой цилиндр для колориметрирования и сравнивают окраску анализируемого раствора со шкалой растворов сравнения.

4.2.4. Приготовление шкалы растворов сравнения

В мерные колбы вместимостью 25 см³ вводят из микробюретки 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ рабочего стандартного раствора молибдена, что соответствует 5; 10; 20; 30; 40; 60; 80 и 100 мкг молибдена. Приливают по 3 см³ серной кислоты, по 5 см³ раствора фтористого аммония, разбавляют водой до общего объема около 22 см³, перемешивая после добавления каждого реактива. Растворы охлаждают до 15—20°С (в холодной воде) и через 15 мин приливают 2 см³ раствора роданистого аммония, доводят до метки водой, тщательно перемешивают. Через 20 мин растворы переводят из мерных колб в сухие цилиндры для колориметрирования.

4.3. Обработка результатов

4.3.1. Массовую долю молибдена (X) в процентах (при массовой доле молибдена более 0,1%) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot V}{V_1 \cdot m_1 \cdot 10^4},$$

где m — масса молибдена, найденная по шкале растворов сравнения, мкг;

V — вместимость мерной колбы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m_1 — масса навески анализируемой пробы, г.

4.3.2. Массовую долю молибдена (X) в процентах (при массовой доле молибдена менее 0,1%) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1 \cdot 10^4},$$

где m — масса молибдена, найденная по шкале растворов сравнения, мкг;

m_1 — масса навески анализируемой пробы, г.

4.3.3. Расхождения между результатами двух параллельных определений и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля молибдена, %	Допускаемые расхождения, %
$5 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-3}$
$1 \cdot 10^{-2}$	$0{,}8 \cdot 10^{-2}$
$2 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$
$5 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-2}$
$1 \cdot 10^{-1}$	$0{,}3 \cdot 10^{-1}$
$2 \cdot 10^{-1}$	$0{,}6 \cdot 10^{-1}$
$5 \cdot 10^{-1}$	$1{,}5 \cdot 10^{-1}$

Разд. 4. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

ИСПОЛНИТЕЛИ

Ю. А. Карпов, Е. Г. Намврина, В. Г. Мискарьянц, Г. Н. Андрианова, Е. С. Данилин, М. А. Десяткова, Л. И. Кирсанова, Т. М. Малютина, Е. Ф. Маркова, В. М. Михайлов, Л. А. Никитина, Л. Г. Обручкова, Н. А. Разницина, Н. А. Суворова, Л. Н. Филимонов

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.05.82 № 2120.**

3. **Срок проверки — 1993 г.**
Периодичность проверки — 5 лет.

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ.**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.1
ГОСТ 3117—78	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1
ГОСТ 3760—79	3.1
ГОСТ 3765—78	2.1, 4.1
ГОСТ 4165—78	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 4204—77	2.1, 4.1
ГОСТ 4460—77	2.1
ГОСТ 4461—77	4.1
ГОСТ 4518—75	4.1
ГОСТ 5712—78	2.1
ГОСТ 5817—77	3.1
ГОСТ 6344—73	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 10484—78	4.1
ГОСТ 10929—76	3.1
ГОСТ 7172—76	2.1
ГОСТ 25278.13—87	2.2.1
ГОСТ 26473.0—85	1.1
ГОСТ 27067—86	4.1

6. **Срок действия продлен до 01.01.93 Постановлением Госстандарта СССР от 29.10.87 № 4096**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1987 г. (ИУС 1—88).**

Изменение № 2 ГОСТ 25278.6—82 Сплавы и лигатуры редких металлов. Методы определения молибдена

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 12 от 21.11.97)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2757

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

Вводная часть. Второй абзац изложить в новой редакции:

«фотометрический (от 1 до 10 % — для сплавов (лигатур) на основе ниобия (компоненты: алюминия не более 20 %, ванадия не более 20 %, вольфрама не более 25 %, циркония не более 30 %, тантала не более 30 %, хрома не более 20 %) и на основе гафния (компоненты: алюминия не более 30 %, ниобия не более 30 %, тантала не более 30 %)».

Раздел 2. Вводную часть после слов «Мешает присутствие» дополнить словами: «хрома и».

Пункт 2.1. Четырнадцатый абзац. Исключить ссылку: ГОСТ 4460—77;

двадцать девятый абзац. Исключить обозначение: «(ГДР)».

Пункт 2.2.1. Третий абзац и таблицу 1а изложить в новой редакции:

«Для определения молибдена (в отсутствии ванадия и хрома) в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ отбирают аликвотную часть раствора в зависимости от содержания молибдена (табл. 1а), содержащую 50—250 мкг молибдена, приливают 12,5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, 1,5 $см^3$ раствора сернокислой меди, перемешивают и охлаждают в холодной воде до 18—20 °С».

(Продолжение см. с. 26)

Таблица 1а

Массовая доля молибдена, %	Объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³
1	15
2	10
3	10
4—10	5

четвертый абзац. Заменить значение: 20 мм на 10 мм;

дополнить абзацем (после четвертого):

«Для определения молибдена (в присутствии ванадия и хрома) в две мерные колбы вместимостью 50 см³ каждая, отбирают равные аликвотные части раствора, содержащие 50—250 мкг молибдена, приливают в обе колбы по 12,5 см³ концентрированной соляной кислоты, 1,5 см³ раствора сернокислой меди, перемешивают и охлаждают в холодной воде до 18—20 °С. Добавляют по 15 см³ раствора тиомочевины, перемешивают. Через 10 мин в одну из колб вводят 1 см³ раствора роданистого аммония, доводят обе колбы до метки водой, тщательно перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора, содержащего роданистый аммоний, относительно раствора, не содержащего роданистый аммоний, на фотоэлектроколориметре при λ_{max} = 450 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм».

Пункт 2.2.2. Заменить значение: 20 мм на 10 мм.

(ИУС № 6 1998 г.)

gost.e-ecolog.ru