УДК 669.292.3:546.77.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ

Метод определения молибдена

Vanadium base alloys and alloying elements. Method for determination of molybdenum

ГОСТ 26473.6—85

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1985 г. № 751 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения молибдена (от 10 до 35%) в сплавах и лигатурах на основе ванадия, содержание сопутствующих компонентов в которых приведено в табл. 1.

Таблица 1

Сопутствующий компонент	Массовая доля, %, не более
Алюминий	50
Железо	10
Кремний	1
Марганец	2,5
Титан	25
Углерод	5
Хром	40

Метод основан на образовании в сернокислой среде окрашенного комплексного соединения пятивалентного молибдена с роданид-ионами и фотометрировании окраски раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

Весы аналитические.

Весы технические.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру 700—800°С.

Плитка электрическая.

Чашки платиновые.

Стаканы химические вместимостью 200, 250 $см^3$.

Воронки стеклянные конические.

Колбы мерные вместимостью 100, 200 $см^3$, 1 $дм^3$.

Колбы полиэтиленовые с пробкой вместимостью 100 $см^3$.

Эксикатор с хлористым кальцием.

Кальций хлористый (плавленый) по ГОСТ 4460—77.

Тигли фарфоровые.

Микробюретка вместимостью 10 $см^3$ с ценой деления 0,02 $см^3$.

Пипетки вместимостью 2 и 5 $см^3$ с делениями.

Пипетки вместимостью 25 $см^3$ без делений.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 100 $см^3$.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Метиловый оранжевый (индикатор), водный раствор концентрацией 1 $г/дм^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 3.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78, раствор концентрацией 10 $г/дм^3$.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, раствор концентрацией 100 $г/дм^3$.

Калий роданистый по ГОСТ 4139—75, раствор концентрацией 500 $г/дм^3$.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78.

Молибден металлический, содержащий не менее 99,9% молибдена.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, растворы концентрацией 500 и 30 $г/дм^3$.

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

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67, раствор концентрацией 20 $г/дм^3$.

Танин фармацевтический (ГДР), раствор концентрацией 10 $г/дм^3$ в уксусной кислоте, разбавленной 5 : 95, свежеприготовленный.

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

Допускается приготовление стандартных растворов с использованием различных исходных веществ: молибдена металлического (серия А) и аммония молибденовокислого (серия Б).

Серия А

Стандартный раствор молибдена, содержащий 1 мг/см³ молибдена (раствор $А_1$): 0,1 г металлического молибдена помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 5—10 см³ перекиси водорода. Приливают по каплям аммиак до обесцвечивания раствора, нагревают и кипятят несколько минут для разрушения перекиси водорода; раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и разбавляют до метки водой.

Стандартный раствор молибдена, содержащий 0,02 мг/см³ (50 мкг/см³) молибдена (раствор $А_2$) готовят в день употребления разбавлением раствора $А_1$ водой в 20 раз. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Серия Б

Стандартный раствор молибдена, содержащий около 1 мг/см³ молибдена (раствор $Б_1$): 1,84 г молибденовокислого аммония помещают в стакан вместимостью 200 см³ и растворяют в 50—70 см³ воды, нагретой до 70—80°С. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют до метки водой. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Точную массовую концентрацию молибдена устанавливают гравиметрическим методом. Для этого в четыре стакана вместимостью 250 см³ отбирают пипеткой по 25 см³ стандартного раствора молибдена ($Б_1$), приливают по 25—30 см³ воды, 10 см³ 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 и до тех пор, пока капля испытуемого раствора, где проводится осаждение молибдена, не будет образовывать с раствором танина, нанесенным на фильтровальную бумагу, желтого пятна. В этом случае осаждение молибдена считают полным. К содержимому стакана приливают еще 5 см³ раствора уксуснокислого свинца. Объем раствора уксуснокислого свинца, пошедший на осаждение молибдена в кубических сантиметрах, фиксируют. Содержимое трех оставшихся стаканов нагревают до кипения и приливают в них фиксированное количество кубических сантиметров раствора уксуснокислого свинца. Стаканы выдерживают 30 мин при 60—70°С на электроплите, фильтруют горячий раствор через

фильтр «синяя лента». Осадок на фильтре промывают 4—5 раз горячим раствором уксуснокислого аммония концентрацией 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, взвешивают. Прокаливание и взвешивание повторяют до получения постоянной массы.

Массовую концентрацию (C) стандартного раствора молибдена (раствор $Б_1$), выраженную 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.

Стандартный раствор молибдена, содержащий 0,05 мг/см³ (50 мкг/см³) молибдена (раствор $Б_2$), готовят в день употребления разбавлением раствора $Б_1$ водой в 20 раз. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г (для сплавов состава ванадий—хром—молибден—алюминий—железо, ванадий—алюминий—молибден—титан—углерод) помещают в платиновую чашку, приливают 30—35 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 3, и 5 см³ азотной кислоты, нагревают до полного растворения пробы. Если раствор в чашке упарился до 15—20 см³, а навеска не растворилась, содержимое чашки охлаждают до 30—40°С, обмывают водой стенки чашки, приливают 3—5 см³ азотной кислоты и снова нагревают. Операцию добавления азотной кислоты повторяют несколько раз до полного растворения навески пробы. Содержимое чашки упаривают до выделения паров серного ангидрида, охлаждают до комнатной температуры, приливают воды, нагревают до полного растворения солей, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают и доводят до метки водой.

3.2. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г (для сплавов состава ванадий—хром—молибден—алюминий) помещают в платиновую чашку, добавляют 2 г пиросернокислого калия и 2—3 капли концентрированной серной кислоты, расплавляют на электроплите, помещают в муфель, сплавляют при 700—800°С до получения прозрачного плава и охлаждают до комнатной температуры. Плав выщелачивают 30 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 3, при нагревании до 60—70°С, охлаждают до комнатной

температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³ и доводят водой до метки.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Для определения молибдена в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 2 см³ раствора пробы, приготовленного по п. 3.1 и 3.2, или 2 см³ основного раствора, полученного по ГОСТ 26473.3—85 и разбавленного водой в 4 раза, содержащих 200—400 мкг молибдена, приливают 35 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1 : 3, 1 см³ раствора сернокислой меди, 5 см³ раствора тиомочевины. Спустя 10 мин к раствору приливают 2,5 см³ раствора роданистого калия и доводят до метки водой, выдерживают в течение 20 мин. Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 430 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к воде.

Массу молибдена находят по градуировочному графику.

4.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ вводят из микробюретки 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и 10,0 см³ рабочего стандартного раствора молибдена, что соответствует 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400, 450 и 500 мкг молибдена. Приливают по 35 см³ раствора серной кислоты и далее поступают, как описано в п. 4.1.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам молибдена строят градуировочный график.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — масса молибдена, найденная по градуировочному графику, мкг;

V — вместимость мерной колбы, см³;

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

m — масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля молибдена, %	Допускаемое расхождение, %
10	0,7
15	1
20	1,4
25	1,7
30	2,1
35	2,4

Изменение № 1 ГОСТ 26473.6—85 Сплавы и лигатуры на основе ванадия. Метод определения молибдена

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.05.91 № 677

Дата введения 01.01.92

Раздел 2. Заменить слова: «Стандартный раствор молибдена, содержащий 0,02 мг/см^3 (50 мкг/см^3) молибдена (раствор A_2) готовят» на «Стандартный

(Продолжение см. с. 38)

(Продолжение изменения к ГОСТ 26473.6—85)

раствор молибдена, содержащий 0,05 мг/см³ (50 мкг/см³) молибдена на (раствор $А_2$), готовят»;

исключить слова: «Кальций хлористый (плавленый) по ГОСТ 4460—77».

Пункт 4.1. Первый абзац. Заменить слова: «отбирают пипеткой 2 см³ раствора пробы» на «отбирают пипеткой 1—2 см³ раствора пробы».

gost.e-ecolog.ru

Пункт 4.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Значения допускаемых расхождений приведены в табл. 2»;

таблица 2. Графа «Массовая доля молибдена, %». Заменить значения: 10 на 10,0; 15 на 15,0; 20 на 20,0; 25 на 25,0; 30 на 30,0; 35 на 35,0.

(ИУС № 8 1991 г.)