УДК 669.15.'27—198:546.77.06:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЕРРОВОЛЬФРАМ

Метод определения молибдена

Ferrotungsten.
Method for determination of molybdenum content

ГОСТ 14638.8—84

(СТ СЭВ 4082—83)

Взамен
ГОСТ 14638.8—69

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22 мая 1984 г. № 1698 срок действия установлен

с 01.07.85
до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения в ферровольфраме массовой доли молибдена в диапазоне от 0,10 до 8,5%.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения пятивалентного молибдена с роданистым аммонием в сернокислом растворе и измерении оптической плотности раствора на спектрофотометре при длине волны 470 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн 400—470 нм. Мешающие определению молибдена элементы отделяют при щелочном сплавлении пробы; вольфрам связывают в комплекс лимонной кислотой.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4082—83.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Натрия перекись.

Кислота лимонная моногидрат и безводная по ГОСТ 3652—69, 50%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1, 1 : 9.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, раствор: 8,6 г железоаммонийных квасцов растворяют в 100 см³ серной кислоты (1 : 9) и разбавляют водой до объема 500 см³.

Массовая концентрация железа в растворе равна 0,002 г/см³.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, раствор: 9,83 г сернокислой меди растворяют в 500 см³ воды, подкисленной 10—15 каплями серной кислоты.

Массовая концентрация меди в растворе равна 0,005 г/см³.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, 5%-ный свежеприготовленный раствор.

Аммоний роданистый, 50%-ный раствор.

Натрий вольфрамовокислый 2-водный по ГОСТ 18289—78.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67.

Молибден металлический.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, перекристаллизованный: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см³ воды при нагревании до 80° С. Раствор фильтруют через плотный фильтр, охлаждают до 10° С, приливают 300 см³ этилового спирта, перемешивают и через 1 ч осадок под вакуумом отфильтровывают на фильтр средней плотности, помещенный в воронку Бюхнера.

Осадок промывают 2—3 раза этиловым спиртом и высушивают на воздухе.

Стандартные растворы молибдена.

Раствор А: 1,8400 г молибденовокислого аммония помещают в стакан и растворяют в воде при нагревании. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация молибдена в растворе А равна 0,001 г/см³.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Раствор Б, свежеприготовленный: 50 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация молибдена в растворе Б равна 0,0002 г/см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Массу навески ферровольфрама устанавливают в зависимости от ожидаемой массовой доли молибдена по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля молибдена, %	Масса навески пробы, г	Вместимость мерной колбы, см³	Объем аликвотной части раствора пробы, см³
От 0,1 до 0,3 включ.	0,5	200	10
Св. 0,3 » 1,0 »	0,5	200	5
» 1,0 » 3,0 »	0,5	500	5
» 3,0 » 8,5	0,25	500	5

Навеску пробы помещают в железный тигель, в котором находится 2 г перекиси натрия, хорошо перемешивают, сверху добавляют 2 г перекиси натрия и сплавляют при 700—750° С.

Охлажденный плав выщелачивают в стакане вместимостью 400 см³, в котором находится 100 см³ воды. Тигель вынимают, ополаскивают его над стаканом водой, раствор кипятят, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью в соответствии с табл. 1, доливают водой до метки и перемешивают.

После отстаивания осадка часть раствора фильтруют через сухой фильтр средней плотности в коническую колбу вместимостью 250 см³, отбрасывая первые порции фильтрата.

В две мерные колбы вместимостью по 100 см³ в зависимости от ожидаемой массовой доли молибдена отбирают аликвотные части анализируемого раствора в соответствии с табл. 1, приливают в каждую колбу 20 см³ воды, 20 см³ раствора лимонной кислоты, 15 см³ серной кислоты (1 : 1), перемешивают и охлаждают. Затем в колбы приливают 4 см³ раствора железоаммонийных квасцов,

5 см³ раствора сернокислой меди и 20 см³ раствора тиомочевины. После прибавления каждого реактива растворы в колбах перемешивают. По истечении 10 мин к раствору одной из колб приливают 2 см³ раствора роданистого аммония, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор второй колбы служит в качестве раствора сравнения.

Оптическую плотность раствора измеряют через 10 мин на спектрофотометре при длине волны 470 нм или фотоэлектроколориметре в диапазоне длин волн 400—470 нм. После вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы находят массу молибдена по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика при массовой доле молибдена от 0,1 до 1,0%.

В семь железных тиглей помещают по 4 г перекиси натрия, по 0,62 г вольфрамовокислого натрия, хорошо перемешивают и сплавляют при температуре 600—650° С. Охлажденный плав выщелачивают как указано в п. 3.1, растворы охлаждают и в стаканы приливают поочередно 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 13,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0004; 0,0008; 0,0012; 0,0016; 0,0020 и 0,0026 г молибдена. В седьмой стакан стандартный раствор не приливают. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью по 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Часть растворов фильтруют через сухой фильтр средней плотности в конические колбы вместимостью по 250 см³, отбрасывая первые порции фильтрата.

В семь мерных колб вместимостью 100 см³ каждая отбирают по 10 см³ приготовленных растворов. В каждую колбу приливают 20 см³ воды, 20 см³ раствора лимонной кислоты, 15 см³ серной кислоты (1 : 1), перемешивают и охлаждают. Затем в колбы приливают по 4 см³ раствора железоаммонийных квасцов, 5 см³ раствора сернокислой меди и 20 см³ раствора тиомочевины. После прибавления каждого реактива растворы в колбах перемешивают. По истечении 10 мин в колбы приливают по 2 см³ раствора роданистого аммония, доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют через 10 мин по п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора молибдена.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям молибдена строят градуировочный график.

3.3. Построение градуировочного графика при массовой доле молибдена св. 1,0 до 8,5%

В десять железных тиглей помещают по 4 г перекиси натрия, по 0,62 г вольфрамовокислого натрия при массовой доле молиб-

дена от 1,0 до 3,0% или по 0,31 г вольфрамовокислого натрия при массовой доле молибдена свыше 3,0 до 8,5%. Смесь хорошо перемешивают и сплавляют при температуре 600—650°С. Охлажденный плав выщелачивают по п. 3.1, растворы охлаждают и в стаканы поочередно приливают 5,0; 7,0; 9,0; 11,0; 13,0; 15,0; 17,0; 19,0 и 22,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,005; 0,007; 0,009; 0,011; 0,013; 0,015; 0,017; 0,019 и 0,022 г молибдена. В десятый стакан стандартный раствор не приливают. Растворы переносят в мерные колбы вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Часть растворов фильтруют через сухой фильтр средней плотности в конические колбы вместимостью по 250 см³, отбрасывая первые порции фильтрата.

В десять мерных колб вместимостью 100 см³ каждая отбирают по 5 см³ приготовленных растворов, приливают по 20 см³ воды, 20 см³ раствора лимонной кислоты и далее анализ ведут по п. 3.2.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100,$$

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

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора пробы, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля молибдена, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,10 до 0,20 включ.	0,03
Св. 0,20 » 0,50 »	0,04
» 0,50 » 1,0 »	0,06
» 1,0 » 2,0 »	0,07
» 2,0 » 5,0 »	0,10
» 5,0 » 8,5 »	0,15

Изменение № 1 ГОСТ 14638.8—84 Ферровольфрам. Метод определения молибдена

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.10.89 № 3261

Дата введения 01.07.90

Вводная часть. Первый абзац. Заменить значение: 8,5 % на 8,0 %.

Раздел 1. Заменить ссылки: ГОСТ 13020.0—75 на ГОСТ 27349—87, ГОСТ 6613—73 на ГОСТ 6613—86.

Раздел 2. Заменить слова: «50 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 50 %» (2 раза); «5 %-ный свежеприготовленный раствор» на «свежеприготовленный раствор с массовой долей 5 %»;

исключить ссылку: ГОСТ 4205—77.

Пункт 3.1. Таблица 1. Графа «Массовая доля молибдена, %». Заменить значение: 8,5 на 8,0.

Пункт 3.3. Заменить значение: 8,5 на 8,0 (2 раза).

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли молибдена приведены в табл. 2.

(Продолжение см. с. 68)

(Продолжение изменения к ГОСТ 14638.8—84)

Таблица 2

Массовая доля молибдена, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца и аттестованного значения
От 0,1 до 0,2 включ.	0,02	0,03	0,02	0,03	0,01
Св. 0,2 » 0,5 »	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02
» 0,5 » 1,0 »	0,05	0,06	0,05	0,06	0,03
» 1,0 » 2,0 »	0,06	0,07	0,06	0,07	0,04
» 2,0 » 5,0 »	0,09	0,11	0,09	0,11	0,06
» 5,0 » 8,0 »	0,13	0,16	0,13	0,16	0,08

(ИУС № 2 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru