МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения молибдена

Издание официальное

БЗ 11—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 105, Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 октября 1999 г. № 353-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9853.15—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Средства измерений и вспомогательные устройства 1
5 Порядок проведения измерений 2
6 Обработка результатов измерений 3
7 Допустимая погрешность измерений 3
8 Требования к квалификации 3

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения молибдена

Sponge titanium.
Method for determination of molybdenum

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения молибдена (при массовой доле от 0,0005 % до 0,1 %) в губчатом титане по ГОСТ 17746.

Метод основан на образовании комплексного соединения молибдена (VI) с роданидом аммония в присутствии восстановителя — дихлорида олова с последующей экстракцией комплекса бутилацетатом и измерением оптической плотности экстракта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

ГОСТ 22300—76 Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия

ГОСТ 23780—96 Титан губчатый. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 27067—86 Аммоний роданистый. Технические условия

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086.

3.2 Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23780.

3.3 Массовую долю элемента определяют по двум навескам.

3.4 При построении градуировочного графика каждая градуировочная точка строится по среднему арифметическому результатов двух измерений.

4 Средства измерений и вспомогательные устройства

Спектрофотометр типа СФ-46 или колориметр фотоэлектрический концентрационный типа КФК-2, или аналогичный прибор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:9 и 7:93.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, $r = 1{,}35—1{,}40$ г/см^3.

Издание официальное

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Молибдена (VI) оксид по действующему нормативному документу.

Бутилацетат (бутиловый эфир уксусной кислоты) по ГОСТ 22300.

Аммония тартрат (аммоний виннокислый) по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 200 г/дм^3.

Аммония роданид (аммоний роданистый) по ГОСТ 27067, раствор массовой концентрации 200 г/дм^3.

Олова дихлорид (олово двухлористое) 2-водный по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 400 г/дм^3.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Промывная жидкость: готовят разбавлением раствора дихлорида олова массовой концентрации 400 г/дм^3 водой в отношении 1:25.

Стандартные растворы молибдена.

Раствор А: 1,5 г оксида молибдена (VI) растворяют в 10 см^3 раствора гидроксида натрия массовой концентрации 100 г/дм^3. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки раствором разбавленной серной кислоты (7:93).

1 см^3 раствора А содержит 0,001 г молибдена (VI).

Раствор Б: аликвотную часть 1 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г молибдена (VI).

5 Порядок проведения измерений

5.1 Навеску массой 0,5—1,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 40 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), 15 см^3 раствора серной кислоты (1:1) и добавляют 1-2 капли фтористоводородной кислоты. Колбу накрывают часовым стеклом или воронкой и ведут растворение при нагревании. После полного растворения навески добавляют 1 см^3 азотной кислоты, раствор упаривают до паров серного ангидрида.

5.1.1 При определении массовой доли молибдена от 0,0005 % до 0,002 % упаренный раствор в виде сиропа разбавляют 30 см^3 воды, приливают 25 см^3 тартрата аммония, перемешивают и охлаждают. Далее вводят 5 см^3 раствора роданида аммония, 5 см^3 раствора дихлорида олова и через 5 мин раствор переносят в делительную воронку вместимостью 300 см^3, разбавляют водой до объема 100 см^3, добавляют 10 см^3 бутилацетата и встряхивают в течение 2 мин. После расслоения фаз водный слой отделяют, к экстракту приливают 25 см^3 раствора серной кислоты (1:9), 25 см^3 промывной жидкости и встряхивают в течение 1 мин. Водную фазу отделяют, экстракт фильтруют через слой ваты, сливают в сухую пробирку или колбу с притертой пробкой.

5.1.2 При определении массовой доли молибдена от 0,002 % до 0,1 % упаренный раствор в виде сиропа переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Аликвотную часть раствора отбирают согласно таблице 1 и поступают согласно 5.1.1.

Таблица 1

Массовая доля молибдена,%	Масса навески,г	Объем аликвотной части,см^3
От 0,002 до 0,008 включ.	1,5	50
Св. 0,008 » 0,030 »	0,5	25
» 0,03 » 0,10 »	0,5	10

Оптическую плотность экстракта измеряют при длине волны 490 нм в кювете толщиной поглощающего слоя 10 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массу молибдена в пробе рассчитывают по градуировочному графику.

5.2 В пять из шести стаканов вместимостью 200 см^3 помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,000010; 0,000015; 0,000020; 0,000025 г молибдена. Раствор шестого стакана является раствором контрольного опыта. Растворы во всех стаканах разбавляют 15 см^3 раствора серной кислоты (1:1), добавляют 25 см^3 раствора тартрата аммония, 5 см^3 раствора роданида аммония, 5 см^3 раствора дихлорида олова. Далее поступают согласно 5.1.1.

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

6 Обработка результатов измерений

Массовую долю молибдена X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \qquad (1)$$

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

m — масса пробы в аликвотной части раствора, г.

7 Допустимая погрешность измерений

7.1 Расхождение между результатами измерений и результатами анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не должно превышать допускаемых значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

В процентах

Массовая доля молибдена	Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений	Допускаемое расхождение между результатами анализа	Предел погрешности измерений D
От 0,00050 до 0,00200 включ.	0,00014	0,00020	0,00016
Св. 0,0020 » 0,0080 »	0,0004	0,0005	0,0004
» 0,0080 » 0,0300 »	0,0015	0,0020	0,0016
» 0,030 » 0,100 »	0,010	0,011	0,009

7.2 Контроль точности результатов анализа проводят по стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор А.

8 Требования к квалификации

К выполнению анализа допускается химик-аналитик квалификации не ниже 4-го разряда.

УДК 669.295:546.77.06:006.354 МКС 77.120 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: титан губчатый, определение молибдена, экстракционно-фотометрический метод

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 22.02.2000. Подписано в печать 06.04.2000. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,47. Тираж 204 экз. С 4833. Зак. 296.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru