Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКИСИ

Метод определения молибдена

Rare-earth metals and their oxides.
Method of determination of molybdenum

ГОСТ 23862.29—79

МКС 77.120.99
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 дата введения установлена

01.01.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения молибдена (от $2 \cdot 10^{-5}$ % до $2 \cdot 10^{-4}$ % каждого) в редкоземельных металлах и их окисях (кроме церия и его двуокиси).

Метод основан на экстракции хлороформом молибдена (VI) в виде комплекса с α–бензоиоксимом с последующей реэкстракцией молибдена (VI) раствором аммиака и каталитическом действии Mo (VI) на реакцию окисления ортоаминофенола пероксидом водорода. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре. Содержание молибдена находят по градуировочному графику.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23862.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Плитка электрическая.

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор.

Цилиндры кварцевые с притертыми пробками вместимостью 15 $см^3$, откалиброванные на 5 и 10 $см^3$.

Стаканы кварцевые вместимостью 15 и 5 $см^3$.

Воронки делительные кварцевые вместимостью 50 $см^3$.

Пипетки вместимостью 1 $см^3$.

Перед работой посуду тщательно моют перегнанной серной кислотой, разбавленной 1 : 1, прополаскивают бидистиллятом, помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$ и выдерживают в кипящей воде в течение 30—40 мин.

Бумага универсальная индикаторная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., 0,1 моль/$дм^3$ раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., перегнанная в кварцевом аппарате (отбирают средние фракции), разбавленная 1 : 1 и 5 моль/$дм^3$ раствор.

Аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147—80, 3 моль/$дм^3$ раствор.

Соль динатривая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, х. ч., 0,05 моль/$дм^3$ раствор.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1985 г. (ИУС 7—85).

gost.e-ecolog.ru

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., 0,05 моль/дм^3 раствор.

Буферный раствор pH-5,0 300 см^3 раствора уксусной кислоты помещают в кварцевую колбу вместимостью 800 см^3, приливают порциями 200 см^3 раствора гидроокиси натрия, перемешивают.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929— 76, х. ч., 3 %-ный раствор: 10 см^3 пероксида водорода помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой до метки, перемешивают; готовят в день употребления.

Ортоаминофенол, ч., 0,1 моль/дм^3 раствор: 0,253 г препарата помещают в кварцевый цилиндр вместимостью 35—40 см^3, приливают 25 см^3 раствора соляной кислоты, перемешивают; готовят в день употребления.

Хлороформ, ч. д. а., дважды перегнанный в кварцевом аппарате, отбирают средние фракции.

α-бензоиноксим, ч. д. а., раствор в хлороформе с концентрацией 4 г/дм^3.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, ч. д. а.

Стандартный раствор молибдена (запасной), содержащий 1 мг/см^3 молибдена: 1,840 г молибденовокислого аммония помещают в кварцевый стакан вместимостью 100 см^3, растворяют в воде. Содержимое стакана переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки, перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 1 мг молибдена.

Раствор молибдена, содержащий 0,1 мкг/см^3 молибдена, готовят последовательным разбавлением водой запасного раствора в 1000 раз.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,5 г помещают в кварцевый стакан вместимостью 50 см^3, смачивают водой, приливают 5 см^3 5 моль/дм^3 раствора серной кислоты, растворяют при нагревании, охлаждают. Содержимое стакана переводят в делительную воронку, доводят водой до объема 10 см^3, приливают 2 см^3 раствора α-бензоиноксима, 8 см^3 хлороформа и встряхивают в течение 3 мин. Органическую фазу собирают в кварцевый стакан, а из водной фазы проводят дважды экстракцию молибдена в течение 3 мин, добавляя каждый раз по 2 см^3 раствора α-бензоиноксима и по 5 см^3 хлороформа. Объединенную органическую фазу переводят в делительную воронку, приливают 5 см^3 воды, 1 см^3 раствора аммиака и встряхивают в течение 2 мин. Органическую фазу отделяют, к водной фазе приливают по каплям 5 моль/дм^3 раствор серной кислоты до pH—5 (по универсальной индикаторной бумаге) переносят содержимое в кварцевый цилиндр вместимостью 15 см^3, доводят водой до объема 10 см^3, перемешивают.

Из полученного раствора отбирают 1 см^3 в кварцевый цилиндр вместимостью 15 см^3, добавляют 1 см^3 раствора трилона Б, 1 см^3 буферного раствора, 0,2 см^3 раствора пероксида водорода, 1 см^3 раствора ортоаминофенола, доводят водой до объема 5 см^3, перемешивают. Цилиндры с растворами погружают в кипящую водяную баню на 2 мин, затем быстро охлаждают до комнатной температуры. Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют на фотоэлектроколориметре при λ_{max} = 490 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения используют воду.

Одновременно с анализом пробы через все стадии анализа проводят контрольный опыт на реактивы. Значение оптической плотности раствора контрольного опыта вычитают из значения оптической плотности испытуемого раствора и по полученному значению оптической плотности находят массу молибдена по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

3.2.1. В кварцевые делительные воронки вводят 1, 2, 3, 4, 5, 10 см^3 раствора молибдена (содержащего 0,1 мкг/см^3 молибдена), приливают 5 см^3 5 моль/дм^3 раствора серной кислоты, доводят водой до 10 см^3, приливают по 2 см^3 раствора α-бензоноксима, по 8 см^3 хлороформа и встряхивают в течение 3 мин. Органическую фазу собирают в кварцевый стакан, а из водной фазы проводят дважды экстракцию молибдена в течение 3 мин, добавляя каждый раз по 2 см^3 раствора α-бензоиноксима и по 5 см^3 хлороформа. Объединенную органическую фазу переводят в делительную воронку, приливают по 5 см^3 воды, 1 см^3 раствора аммиака, встряхивают в течение 2 мин. Органическую фазу отделяют. К водной фазе приливают по каплям 5 моль/дм^3 раствор серной кислоты до pH-5 (по универсальной индикаторной бумаге), переводят содержимое в кварцевый цилиндр, до-

водят водой до объема 10 см^3, перемешивают. В одну из делительных воронок вводят все реактивы, кроме молибдена (нулевой раствор).

Из полученных растворов отбирают по 1 см^3 в кварцевые цилиндры, добавляют по 1 см^3 раствора трилона Б, по 1 см^3 буферного раствора, по 0,2 см^3 раствора пероксида водорода, по 1 см^3 раствора ортоаминофенола, доводят водой до объема 5 см^3, перемешивают. Цилиндры с растворами погружают на 2 мин в кипящую водяную баню, после чего быстро охлаждают до комнатной температуры. Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре при λ_{max} 490 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения используют воду. Значение оптической плотности нулевого раствора вычитают из значений оптической плотности растворов шкалы. Измерение повторяют пять раз из новых порций раствора.

По полученным данным строят градуировочный график, нанося на оси ординат значения оптической плотности раствора, а на оси абсцисс — массу молибдена.

Отдельные точки графика проверяют при анализе образцов.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

m — масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений или результатов двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля молибдена, %	Допускаемое расхождение, %
$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$
$1 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-5}$
$2 \cdot 10^{-4}$	$8 \cdot 10^{-5}$

gost.e-ecolog.ru