ГОСТ 11930.11—79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛИБДЕНА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.791.92.04:546.77.06:006.354 Группа В09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Метод определения молибдена

Hard-facing materials.
Method of molybdenum determination

ГОСТ 11930.11—79

МКС 25.160.20
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 дата введения установлена

01.07.80

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания молибдена (при массовой доле молибдена от 0,08 до 3,0 %) в прутках для наплавки и порошках из сплавов для наплавки.

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения молибдена с роданидом в присутствии тиомочевины.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 11930.0—79.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, раствор с массовой долей 1 %.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, раствор с массовой долей 10 %.

Аммоний роданистый, раствор с массовой долей 50 %.

Аммоний молибденовокислый перекристаллизованный по ГОСТ 3765—78.

Растворы молибдена стандартные:

Раствор А; готовят следующим образом: 0,184 г молибденовокислого аммония растворяют в дистиллированной воде. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ стандартного раствора А содержит 0,0001 г молибдена.

Раствор Б; готовят разбавлением водой раствора А в 10 раз.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,00001 г молибдена.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (август 2011 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1984 г., декабре 1989 г. (ИУС 3—85, 3—90)

© Издательство стандартов, 1979
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Молибден определяют из фильтрата, полученного после отделения железа по ГОСТ 11930.10—79. Из мерной колбы вместимостью 100 см^3 отбирают 5—10 см^3 анализируемого раствора в мерную колбу вместимостью 50 см^3. В колбу приливают 5 см^3 раствора с массовой долей 10 % винной кислоты, 15 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, 2 см^3 раствора с массовой долей 1 % сернокислой меди, 10 см^3 10 %-ного раствора тиомочевины, 5 см^3 раствора с массовой долей 10 % роданистого аммония. После прибавления каждого реактива содержание колбы перемешивают, разбавляют дистиллированной водой до метки и снова перемешивают.

Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром ($\lambda = 490$ нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм. Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт, раствор которого используют в качестве раствора сравнения. Содержание молибдена находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Построение градуировочного графика

В девять мерных колб вместимостью 50 см^3 помещают 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 см^3 стандартного раствора молибдена Б. В десятую колбу стандартный раствор не приливают. Она служит для проведения контрольного опыта.

В каждую колбу приливают по 5 см^3 раствора с массовой долей 10 % винной кислоты и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

По полученным данным строят градуировочный график.

3.1, 3.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{100 \cdot m \cdot 100}{Vm_1},$$

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

V — аликвотная часть анализируемого раствора, см^3;

m_1 — масса навески, г.

4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля молибдена, %	Допускаемые расхождения трех параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 0,080 до 0,100 включ.	0,005	0,010
Св. 0,100 » 0,150 »	0,010	0,015
» 0,150 » 0,200 »	0,020	0,030
» 0,200 » 1,000 »	0,050	0,060
» 1,000 » 2,000 »	0,100	0,150
» 2,000 » 3,000 »	0,150	0,200

(Измененная редакция, Изм. № 2).

gost.e-ecolog.ru