

УДК 669.715.543.06 : 006.354

Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**СПЛАВЫ ТИТАНОВЫЕ**

Методы определения молибдена

Titanium alloys.
Methods for the determination of molybdenum

ГОСТ

19863.8—91

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле от 0,01 до 15,0%), атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,05 до 15,0%) и дифференциальный фотометрический (при массовой доле от 28 до 36%) методы определения молибдена.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа -- по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.1.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛИБДЕНА**2.1. Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в смеси растворов серной и бромфтористоводородной кислот или в растворе серной кислоты, восстановлении шестивалентного молибдена уинтиолом до пятивалентного, образовании в растворе соляной кислоты 1,5-2,0 моль/дм³ окрашенного в желтый цвет комплексного соединения молибдена с уинтиолом и измерении оптической плотности раствора при длине волны 370 нм.

Определению мешают палладий, рений и медь. Мешающее влияние меди при соотношении меди и молибдена 1 : 1, но при массовой доле меди не более 0,5% устраняют введением тиомочевины.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см³, растворы 1 : 2 и 7 : 93.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³, растворы 1 : 1 и 1 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см³ и раствор 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота борофтористоводородная; к 280 см³ фтористоводородной кислоты при температуре (10±2)°С добавляют порциями 130 г борной кислоты и перемешивают. Реактив готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

2,3-димеркаптопропансульфонат натрия (унитиол), раствор 50 г/дм³ (пригоден для работы в течение двух месяцев при хранении в темном месте в склянке с притертой пробкой).

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 100 г/дм³.

Молибден высокой чистоты по ТУ 48-19-69, содержащий не менее 99,5% молибдена.

Стандартный раствор молибдена: 0,1 г молибдена помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ раствора азотной кислоты и нагревают до полного растворения. К раствору приливают 20 см³ раствора серной кислоты 1 : 2, выпаривают до появления густых белых паров и продолжают нагревание в течение 3 мин.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, приливают 50 см³ воды, перемешивают и снова выпаривают до появления густых белых паров. К охлажденному остатку приливают 100 см³ раствора серной кислоты 7 : 93, охлаждают до комнатной температуры, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г молибдена.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 1 г в соответствии с табл. 1 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ раствора серной кислоты 1 : 2, 1 см³ борофтористоводородной кислоты и умеренно нагревают до полного растворения.

Навеску пробы массой 0,5 или 0,25 г в соответствии с табл. 1 растворяют в 30 см³ раствора серной кислоты 1 : 2 при нагревании.

В раствор добавляют по каплям азотную кислоту до исчезновения фиолетовой окраски, 2—3 капли в избыток, выпаривают до появления густых белых паров и продолжают нагревание в течение 2—3 мин.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, осторожно приливают 50 см³ воды и кипятят в течение 1—2 мин.

При наличии в сплаве хрома операцию выпаривания и кипячения повторяют.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью в соответствии с табл. 1, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля молибдена, %	Масса навески пробы, г	Вместимость мерной колбы, см ³	Объем аликвотной части, см ³	Длина волны, нм
От 0,01 до 0,1 включ.	1	100	10	50
Св. 0,1 » 0,5 »	0,5	100	5	50
» 0,5 » 1,0 »	0,5	250	10	10
» 1,0 » 4,0 »	0,5	250	5	10
» 4,0 » 10,0 »	0,5	250	2,5	10
» 10,0 » 15,0 »	0,25	250	2,0	10

2.3.2. Аликвотную часть раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 15 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, 5 см³ раствора уротиола, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.3. При наличии в сплаве меди к аликвотной части раствора в мерной колбе вместимостью 50 см³ приливают 15 см³ раствора тиомочевины, выдерживают 10 мин, приливают 10 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1, 3 см³ раствора уротиола, доливают водой до метки и перемешивают.

2.3.4. Оптическую плотность раствора измеряют через 10 мин, но не позднее чем через 50 мин при длине волны 370 нм в кюветках с толщиной фотометрируемого слоя в соответствии с табл. 1. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта со всеми используемыми в анализе реактивами.

2.3.5. Массовую долю молибдена вычисляют по градуировочному графику.

2.3.6. Построение градуировочного графика

2.3.6.1. При массовой доле молибдена от 0,01 до 0,5%

В девять мерных колб вместимостью по 50 см³ приливают по 5 см³ или по 10 см³ раствора контрольного опыта, в восемь из них отмеряют 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4 см³ стандартного раствора молибдена, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008; 0,0001; 0,00012; 0,00014 г молибдена, и продолжают по пп. 2.3.2 и 2.3.4.

2.3.6.2. При массовой доле молибдена от 0,5 до 15,0%

В десять мерных колб вместимостью по 50 см³ приливают по 5 см³ раствора контрольного опыта, в девять из них отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 см³ стандартного раствора молибдена, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005; 0,0006; 0,0007; 0,0008 г молибдена, приливают по 15 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1 и продолжают по пп. 2.3.2 и 2.3.4.

Растворами сравнения служат растворы, в которые не введен молибден.

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

2.4. Обработка результатов

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

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

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

m_1 — масса пробы в соответствующей аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля молибдена, %	Абсолютное допустимое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализа
От 0,010 до 0,030 включ.	0,005	0,007
Сл. 0,030 > 0,060 >	0,007	0,009
> 0,06 > 0,15 >	0,01	0,02
> 0,15 > 0,30 >	0,02	0,03
> 0,30 > 0,60 >	0,03	0,04
> 0,60 > 1,50 >	0,06	0,07
> 1,50 > 3,00 >	0,08	0,10
> 3,00 > 5,00 >	0,15	0,20
> 5,00 > 10,00 >	0,25	0,30
> 10,0 > 15,0 >	0,3	0,4

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛИБДЕНА

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной и бромоводородной кислотах и измерении атомной абсорбции молибдена при длине волны 313,3 нм в пламени ацетилен — закись азота.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для молибдена.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота медицинская.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³ и растворы 2 : 1, 1 : 1.