

**СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ  
И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛИБДЕНА**

Издание официальное

Редактор *В.Н. Копысов*  
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*  
Корректор *С.И. Фирсова*  
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 15.02.99. Подписано в печать 29.03.99. Усл. печ. л. 1,40.  
Уч.-изд. л. 1,35. Тираж 173 экз. С2393. Зак. 286.

---

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

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т****СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ  
И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ****ГОСТ  
12354—81\*****Методы определения молибдена****Взамен**Steels alloyed and highalloyed  
Methods for the determination of molybdenum**ГОСТ 12354—66  
в части разд. 2—4**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 07.04.81 № 1866 дата введения установлена

01.06.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический с экстракцией (при массовой доле от 0,01 до 3,0 %), фотометрический без экстракции (при массовой доле от 0,1 до 10,0 %), гравиметрический (при массовой доле от 3,0 до 10,0 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле от 0,01 до 5,0 %) методы определения молибдена в легированных и высоколегированных сталях.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 963—78 в части разд. 2, 4, 5.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473—90.

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

Метод основан на образовании комплексного соединения молибдена (V) с роданистым аммонием, экстракции его н-бутилацетатом и измерении светопоглощения полученного окрашенного экстракта при длине волны 470 нм. Молибден (VI) и железо (III) восстанавливают до молибдена (V) и железа (II) аскорбиновой кислотой в присутствии сернокислой меди. Вольфрам, ванадий и титан переводят в комплексы лимонной кислотой и двунатриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты.

**2.2. Аппаратура и реактивы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр

Смесь кислот: 500 см<sup>3</sup> воды, 150 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и 350 см<sup>3</sup> хлорной кислоты осторожно перемешивают.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или ГОСТ 14261—77 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или ГОСТ 11125—84 и разбавленная 1:4.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или ГОСТ 14262—78 и разбавленная 1:1.

Кислота хлорная, раствор 570 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, раствор 200 г/дм<sup>3</sup>.Кислота аскорбиновая, раствор 30 г/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты (ЭДТА) по ГОСТ 10652—73, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



\*Переиздание (февраль 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1985 г. (ИУС 4—86)

## С. 2 ГОСТ 12354—81

Медь сернокислая по ГОСТ 4165—78, раствор 0,3 г/дм<sup>3</sup>.

н-Бутилацетат по ГОСТ 22300—76.

Аммоний роданистый по ГОСТ 19522—74, раствор 300 г/дм<sup>3</sup>.

Олово хлористое по НТД, свежеприготовленный раствор: 100 г хлористого олова растворяют в 100 см<sup>3</sup> горячей соляной кислоты. Раствор охлаждают, добавляют две гранулы металлического олова и доливают водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Натрий вольфрамовокислый 2-водный по ГОСТ 18289—78.

Железо сернокислое закисное по ГОСТ 4148—78.

Раствор вольфрамовокислого натрия и закисного сернокислого железа: 2 г вольфрамовокислого натрия и 45 г закисного сернокислого железа растворяют в небольшом количестве воды, добавляют 30 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1), 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают до паров серной кислоты. Раствор охлаждают, стенки стакана обмывают водой и вновь выпаривают до паров серной кислоты. Стакан с содержимым охлаждают, осторожно добавляют 100 см<sup>3</sup> раствора лимонной кислоты и прибавляют аммиак до pH 7—8 по универсальному индикатору. Затем приливают 10 см<sup>3</sup> аммиака и раствор нагревают до полного растворения осадка вольфрамовой кислоты. После охлаждения раствор нейтрализуют серной кислотой (1:1) и добавляют 10 см<sup>3</sup> в избыток. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610—79 или ГСО С-1, железо чистое типа 008 ЖР.

Индикатор универсальный, бумага.

Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027—67, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, раствор 25 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, раствор 500 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78.

Перекристаллизация молибденовокислого аммония: 250 г реактива растворяют в 490 см<sup>3</sup> воды при нагревании до 70—80 °C, осторожно добавляют аммиак до явного запаха. Раствор фильтруют через фильтр «синяя лента», охлаждают до 20—25 °C и приливают при перемешивании 300 см<sup>3</sup> этилового спирта. Осадку дают отстояться 1 ч и отфильтровывают на фильтр «белая лента», помещенный в воронку Бюхнера, пользуясь водоструйным насосом. Осадок промывают 2—3 раза этиловым спиртом и высушивают.

Молибден металлический марки МЧВП.

Стандартные растворы молибдена.

Раствор А: 4,6005 г свежеперекристаллизованного и высушенного при 105 °C молибденовокислого аммония помещают в стакан и растворяют в воде при нагревании. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию стандартного раствора А устанавливают гравиметрическим методом: для этого 40 см<sup>3</sup> стандартного раствора А молибденовокислого аммония помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, приливают 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), 25 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония и разбавляют водой до 200 см<sup>3</sup>. Раствор нагревают до кипения и приливают по каплям 25 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого свинца. Содержимое стакана кипятят при перемешивании в течение 10—15 мин.

Раствор с осадком оставляют на 12 ч, затем осадок отфильтровывают на два фильтра «синяя» и «белая лента» и промывают 8—10 раз горячим раствором азотнокислого аммония.

Фильтр с осадком помещают в прокаленный до постоянной массы и взвешенный фарфоровый тигель, высушивают, озолят, прокаливают при 500—600 °C до постоянной массы, охлаждают в экскаторе и взвешивают.

Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Массовую концентрацию раствора молибденовокислого аммония ( $T$ ), выраженный в г/см<sup>3</sup> молибдена, вычисляют по формуле

$$T = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4) \cdot 0,2613}{V},$$

где  $m_1$  — масса тигля с осадком молибденовокислого свинца, г;

$m_2$  — масса тигля без осадка молибденовокислого свинца, г;

$m_3$  — масса тигля с осадком в контрольном опыте, г;

$m_4$  — масса тигля без осадка в контрольном опыте, г;

0,2613 — коэффициент пересчета молибденовокислого свинца на молибден;

$V$  — объем раствора молибденовокислого аммония, взятый для установки массовой концентрации, см<sup>3</sup>.