

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

НИОБИЙ

ГОСТ

18385.3—79

Методы определения молибдена

Niobium. Methods for the determination
of molybdeniumВзамен
ГОСТ 18385.4—73

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 мая
1979 г. № 1968 срок действия установлен

с 01.07. 1980 г.
до 01.07. 1985 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод
(от 0,004 до 0,04%) и спектральный метод определения молибде-
на (от 0,002 до 0,05%).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ
18385.0—79.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛИБДЕНА

(при массовой доле от 0,004 до 0,04%)

Метод основан на разложении образца сплавлением навески
с гидроокисью натрия, отделении молибдена от основы обработ-
кой плава водой экстракции комплексного соединения молибде-
на с дитиолом амиллацетатом (или хлороформом) и измерении
оптической плотности экстракта.

Массовую долю молибдена и вольфрама можно определять
из разных аликвотных частей одного раствора пробы.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы
Фотоэлектроколориметр ФЭК-60.

Печь муфельная с терморегулятором на температуру 800—
850°C.

Тигли никелевые.

Молибдена трехокись, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Микробюретка.

Суспензия цинк-дителила: 0,1 г цинк-дителила растирают в фарфоровой ступке с минимальным количеством спирта и разбавляют тем же спиртом до 25 мл. Перед применением суспензию взбалтывают.

Пипетка с поршнем.

Амилацетат, х. ч.

Хлороформ.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, х. ч., 15%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64, х. ч.

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. *Приготовление стандартного раствора молибдена и раствора А*

Стандартный раствор 0,1 г молибдена, содержащий не менее 99,5% молибдена, растворяют в 15%-ном растворе перекиси водорода, приливают избыток аммиака, раствор кипятят до обесцвечивания и удаления перекиси водорода. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 л, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 мл стандартного раствора содержит 0,1 мг молибдена.

Раствор А. 10 мл стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем водой до метки.

1 мл раствора А содержит 0,01 мг молибдена.

2.2.2. В стаканы вместимостью 50 мл приливают 0,30; 0,50; 0,70; 1,0; 1,5; 2,0 и 3,0 мл раствора А, доливают водой до 15 мл, затем прибавляют 15 мл соляной кислоты и перемешивают. Добавляют 2 мл суспензии цинк-дителила и оставляют на 15 мин, перемешивая. Растворы переводят в делительную воронку вместимостью 50 мл, приливают из микробюретки или пипетки с поршнем 5 мл амилацетата (или хлороформа), взбалтывают 1 мин и после расслаивания фаз водную фазу отбрасывают.

Полученные экстракты последовательно переводят в сухую кювету фотоэлектроколориметра с толщиной поглощающего свет слоя 3—10 мм, а при массе молибдена в растворе более 14 мкг— в кювету с толщиной поглощающего свет слоя 3—5 мм. Покрывают кювету крышкой, дают экстракту отстояться от пузырьков и измеряют оптическую плотность каждого экстракта как указано в ГОСТ 13835.0—79 при длине волны 660 нм со светофильтром № 6. В качестве нулевого раствора применяют воду.

2.3. Проведение анализа

0,3—0,5 г стружки ниобия (при массовой доле молибдена до 0,02% берут 0,5 г, свыше 0,02% — 0,3 г) помещают в никелевый тигель, где предварительно расплавлен 1 г гидроокиси натрия,

добавляют еще 3 г гидроокиси натрия, помещают тигель в холодный муфель, доводят температуру до 800—850°C и сплавляют до получения однородного плава. Тигель с расплавом охлаждают и обрабатывают 60 мл воды в стакане вместимостью 150—200 мл при кипячении.

После охлаждения раствор с осадком переводят в мерную колбу вместимостью 100 мл, разбавляют водой до метки, тщательно перемешивают и оставляют для отстаивания осадка. Отбирают 10—15 мл прозрачного раствора в стакан вместимостью 50—70 мл, разбавляют водой до 15 мл, приливают 15 мл соляной кислоты, перемешивают, приливают 2 мл суспензии цинк-дитиола и оставляют на 15 мин, перемешивая. Раствор переводят в делительную воронку вместимостью 50 мл, приливают из микробюретки или пипеткой с поршнем 5 мл амилацетата (или хлороформа), используют тот экстрагент, который применялся при приготовлении растворов сравнения, и взбалтывают 1 мин. После расслоения водную фазу отбрасывают, а экстракт переводят в сухую кювету и измеряют его оптическую плотность (п. 2.2.2).

Одновременно с анализом в тех же условиях проводят два параллельных контрольных опыта. Оптическая плотность раствора контрольного опыта не должна превышать 0,01. Из значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают среднее значение оптической плотности раствора контрольного опыта.

Массу молибдена в растворе находят по градуировочному графику.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot 100 \cdot 100}{m_1 \cdot V \cdot 1000 \cdot 1000},$$

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

V — объем аликвотной части, мл;

m_1 — масса навески, г.

Разность результатов двух параллельных определений и результатов двух анализов не должна превышать величин абсолютных допускаемых расхождений, указанных в табл. 1.

2.4.2. Проверка правильности результатов

Правильность результатов анализа контролируют методом добавок. В три никелевых тигля помещают по 1 мл основного раствора сравнения (по 0,1 мг молибдена) и выпаривают досуха при осторожном нагревании. В каждый тигель добавляют по 1 г

Таблица 1

Массовая доля молибдена, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
0,004	0,001
0,01	0,002
0,02	0,003
0,04	0,005

гидроокиси натрия, нагревают до расплавления и вводят 0,5 г ниобия, массовая доля молибдена в котором установлена по пп. 2.3; 2,4, и составляет около 0,02%. Добавляют в тигли по 3 г гидроокиси натрия, помещают в муфель и далее анализируют по пп. 2.3; 2.4.

За результат анализа образца с добавкой принимают среднее арифметическое из полученных трех результатов единичных определений. Найденное значение добавки — разность между результатом анализа образца с добавкой и первоначально полученным результатом анализа того же образца без добавки — должно быть в пределах $0,02 \pm 0,0025\%$.

Если же найденное значение добавки выходит за указанные пределы, то контроль правильности результатов повторяют, увеличивая число навесок до шести и получая результат анализа образца с добавкой как среднее арифметическое из шести результатов единичных определений. Найденное при этом значение добавки должно быть в пределах $0,02 \pm 0,0021\%$.

3. СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛИБДЕНА

[при массовой доле от 0,002 до 0,05%]

Метод основан на зависимости интенсивности спектральной линии молибдена от его массовой доли в образце ниобия при возбуждения спектра в дуге постоянного тока.

3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрограф дифракционный ДФС-13 с решеткой 1200 штр/мм (комплектная установка с универсальным штативом и с трехлинзовым конденсором).

Источник постоянного тока, обеспечивающий напряжение не менее 260 В и силу тока 20 А.

Печь муфельная с терморегулятором на температуру 800—850°C.

Микрофотометр МФ-2 или аналогичный ему прибор.

Чашки платиновые, кварцевые или алундовые.

Весы аналитические.

Весы торсионные типа ВТ-500 или аналогичного типа.

Приспособление для заточки графитовых электродов.