

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

ФЕРРОМОЛИБДЕН

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛИБДЕНА

**ГОСТ 13151.1—89
(СТ СЭВ 1229—88)**

Издание официальное

3 коп. БЗ 2—89/167



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва**

ФЕРРОМОЛИБДЕН

Метод определения молибдена

Ferromolybdenum. Method for the determination
of molybdenum

ГОСТ

13151.1—89

(СТ СЭВ 1229—88)

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.01.1990
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает гравиметрический метод определения молибдена в ферромolibдене (при массовой доле молибдена от 45 до 80%).

Метод основан на осаждении молибдена в уксуснокислом растворе в виде молибденовокислого свинца после предварительного отделения железа и других мешающих компонентов гидроокисью натрия.

В осадке молибденовокислого свинца устанавливают массовую долю соосажденного вольфрамвокислого свинца и вносят соответствующую поправку.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27349.
- 1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 26201.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1 и 1:20.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 и 2:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

Кислота винная по ГОСТ 5817.

Кислота уксусная по ГОСТ 61 и разбавленная 5:95.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



© Издательство стандартов, 1989

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 и растворы с массовой концентрацией 200 и 5 г/дм³.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрия пероксид.

Натрий сернистый (сульфид натрия) по ГОСТ 2053, раствор с массовой концентрацией 300 г/дм³.

Натрий молибденовокислый по ГОСТ 10931 и раствор с массовой концентрацией молибдена 0,005 г/см³: 12,6 г молибденовокислого натрия растворяют в 500 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой концентрацией 5 г/дм³.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Аммоний роданистый по ГОСТ 19522, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, растворы с массовой концентрацией 500 и 30 г/дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой концентрацией 2,5 г/дм³.

Свинец уксуснокислый (трехводный) по ГОСТ 1027, раствор с массовой концентрацией 40 г/дм³: 40 г уксуснокислого свинца растворяют в воде в присутствии 10 см³ уксусной кислоты и разбавляют водой до 1 дм³.

Метилловый оранжевый, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Титан треххлористый по ГОСТ 311 и раствор: 10 см³ раствора треххлористого титана разбавляют до 100 см³ соляной кислотой (1:1) и перемешивают.

Олово (II) хлорид 2-водный по ТУ 6—09—53—84—88, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³: 10 г хлористого олова растворяют в 100 см³ соляной кислоты при слабом нагревании.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Триметилцетиламмоний бромистый, раствор с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³: 0,365 г триметилцетиламмония растворяют в 100 см³ воды при слабом нагревании или

N-цетилпиридиний хлористый, раствор с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³: 0,358 г цетилпиридиния растворяют в 100 см³ воды без нагревания.

Гидрохинон (парадиоксibenзол) по ГОСТ 19627, раствор с массовой концентрацией 0,65 г/дм³ в хлороформе: 0,65 г гидрохинона растворяют при перемешивании в 80 см³ этилового спирта, прибавляют 920 см³ хлороформа и перемешивают.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Натрий вольфрамвокислый по ГОСТ 18289.

! Стандартные растворы вольфрама.

Раствор А: 1,7942 г вольфрамовокислого натрия растворяют в 100 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой концентрацией 5 г/дм³. Полученный раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают; раствор хранят в сосуде из полиэтилена.

Массовая концентрация вольфрама в растворе А равна 0,001 г/см³.

Раствор Б: 20,0 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают; раствор готовят перед применением.

Массовая концентрация вольфрама в растворе Б равна 0,0002 г/см³.

Раствор В: 10,0 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают; раствор готовят перед применением.

Массовая концентрация вольфрама в растворе В равна 0,0001 г/см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску ферромолибдена массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 20 см³ азотной кислоты (1:1), покрывают часовым стеклом и нагревают до прекращения выделения окислов азота. К раствору прибавляют 10 см³ соляной кислоты и продолжают нагревать до полного растворения навески.

Если навеска ферромолибдена полностью не растворяется в кислотах, то добавляют 50 см³ горячей воды и нерастворимый осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности с добавлением небольшого количества фильтробумажной массы. стакан и осадок на фильтре промывают 8—10 раз горячим раствором азотной кислоты (1:20). Фильтрат сохраняют (фильтрат А). Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель высушивают и озоляют. Осадок прокаливают при температуре (450±25)°С, тигель охлаждают и осадок сплавляют с 1—2 г углекислого натрия при температуре (920±25)°С в течение 10—15 мин.

После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 200 см³, прибавляют 20—30 см³ раствора азотной кислоты (1:20) и выщелачивают плав при нагревании. После растворения плава тигель из стакана удаляют, обмывают его стенки горячей водой и раствор присоединяют к фильтрату А. Содержимое колбы охлаждают, нейтрализуют в присутствии раствора метилового оранжевого раствором гидроокиси натрия с массовой концентрацией 200 г/дм³ и вливают в коническую колбу вместимостью 500 см³, содержащую 50 см³ горячего раствора гидроокиси натрия с массовой концентрацией 200 г/дм³. Затем раствор нагревают