

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения молибдена

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 105, Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|----------------------------|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Беларуси |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Туркменистан | Главная государственная инспекция Туркменистана |
| Украина | Госстандарт Украины |

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 октября 1999 г. № 353-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9853.15—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

| | |
|---|---|
| 1 Область применения | 1 |
| 2 Нормативные ссылки | 1 |
| 3 Общие требования | 1 |
| 4 Средства измерений и вспомогательные устройства | 1 |
| 5 Порядок проведения измерений | 2 |
| 6 Обработка результатов измерений | 3 |
| 7 Допустимая погрешность измерений | 3 |
| 8 Требования к квалификации | 3 |

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения молибдена

Sponge titanium.
Method for determination of molybdenum

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения молибдена (при массовой доле от 0,0005 % до 0,1 %) в губчатом титане по ГОСТ 17746.

Метод основан на образовании комплексного соединения молибдена (VI) с роданидом аммония в присутствии восстановителя — дихлорида олова с последующей экстракцией комплекса бутилацетатом и измерением оптической плотности экстракта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия
- ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия
- ГОСТ 22300—76 Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия
- ГОСТ 23780—96 Титан губчатый. Методы отбора и подготовки проб
- ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа
- ГОСТ 27067—86 Аммоний роданистый. Технические условия

3 Общие требования

- 3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086.
- 3.2 Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23780.
- 3.3 Массовую долю элемента определяют по двум навескам.
- 3.4 При построении градуировочного графика каждая градуировочная точка строится по среднему арифметическому результатов двух измерений.

4 Средства измерений и вспомогательные устройства

Спектрофотометр типа СФ-46 или колориметр фотоэлектрический концентрационный типа КФК-2, или аналогичный прибор.

- Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.
- Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:9 и 7:93.
- Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.
- Кислота азотная по ГОСТ 4461, $\rho = 1,35\text{—}1,40\text{ г/см}^3$.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 100 г/дм³.

Молибдена (VI) оксид по действующему нормативному документу.

Бутилацетат (бутиловый эфир уксусной кислоты) по ГОСТ 22300.

Аммония тартрат (аммоний виннокислый) по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 200 г/дм³.

Аммония роданид (аммоний роданистый) по ГОСТ 27067, раствор массовой концентрации 200 г/дм³.

Олова дихлорид (олово двухлористое) 2-водный по действующему нормативному документу, раствор массовой концентрации 400 г/дм³.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Промывная жидкость: готовят разбавлением раствора дихлорида олова массовой концентрации 400 г/дм³ водой в отношении 1:25.

Стандартные растворы молибдена.

Раствор А: 1,5 г оксида молибдена (VI) растворяют в 10 см³ раствора гидроксида натрия массовой концентрации 100 г/дм³. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки раствором разбавленной серной кислоты (7:93).

1 см³ раствора А содержит 0,001 г молибдена (VI).

Раствор Б: аликвотную часть 1 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г молибдена (VI).

5 Порядок проведения измерений

5.1 Навеску массой 0,5—1,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 40 см³ раствора соляной кислоты (1:1), 15 см³ раствора серной кислоты (1:1) и добавляют 1-2 капли фтористоводородной кислоты. Колбу накрывают часовым стеклом или воронкой и ведут растворение при нагревании. После полного растворения навески добавляют 1 см³ азотной кислоты, раствор упаривают до паров серного ангидрида.

5.1.1 При определении массовой доли молибдена от 0,0005 % до 0,002 % упаренный раствор в виде сиропа разбавляют 30 см³ воды, приливают 25 см³ тартрата аммония, перемешивают и охлаждают. Далее вводят 5 см³ раствора роданида аммония, 5 см³ раствора дихлорида олова и через 5 мин раствор переносят в делительную воронку вместимостью 300 см³, разбавляют водой до объема 100 см³, добавляют 10 см³ бутилацетата и встряхивают в течение 2 мин. После расслоения фаз водный слой отделяют, к экстракту приливают 25 см³ раствора серной кислоты (1:9), 25 см³ промывной жидкости и встряхивают в течение 1 мин. Водную фазу отделяют, экстракт фильтруют через слой ваты, сливают в сухую пробирку или колбу с притертой пробкой.

5.1.2 При определении массовой доли молибдена от 0,002 % до 0,1 % упаренный раствор в виде сиропа переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Аликвотную часть раствора отбирают согласно таблице 1 и поступают согласно 5.1.1.

Таблица 1

| Массовая доля молибдена, % | Масса навески, г | Объем аликвотной части, см ³ |
|----------------------------|------------------|---|
| От 0,002 до 0,008 включ. | 1,5 | 50 |
| Св. 0,008 » 0,030 » | 0,5 | 25 |
| » 0,03 » 0,10 » | 0,5 | 10 |

Оптическую плотность экстракта измеряют при длине волны 490 нм в кювете толщиной поглощающего слоя 10 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массу молибдена в пробе рассчитывают по градуировочному графику.

5.2 В пять из шести стаканов вместимостью 200 см³ помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,000005; 0,000010; 0,000015; 0,000020; 0,000025 г молибдена. Раствор шестого стакана является раствором контрольного опыта. Растворы во всех стаканах разбавляют 15 см³ раствора серной кислоты (1:1), добавляют 25 см³ раствора тартрата аммония, 5 см³ раствора роданида аммония, 5 см³ раствора дихлорида олова. Далее поступают согласно 5.1.1.

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

6 Обработка результатов измерений

Массовую долю молибдена X , %, вычисляют по формуле

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

где m_1 — масса молибдена в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;
 m — масса пробы в аликвотной части раствора, г.

7 Допустимая погрешность измерений

7.1 Расхождение между результатами измерений и результатами анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не должно превышать допусаемых значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

Впроцентах

| Массовая доля молибдена | Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений | Допускаемое расхождение между результатами анализа | Предел погрешности измерений D |
|------------------------------|---|--|----------------------------------|
| От 0,00050 до 0,00200 включ. | 0,00014 | 0,00020 | 0,00016 |
| Св. 0,0020 * 0,0080 * | 0,0004 | 0,0005 | 0,0004 |
| * 0,0080 * 0,0300 * | 0,0015 | 0,0020 | 0,0016 |
| * 0,030 * 0,100 * | 0,010 | 0,011 | 0,009 |

7.2 Контроль точности результатов анализа проводят по стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор А.

8 Требования к квалификации

К выполнению анализа допускается химик-аналитик квалификации не ниже 4-го разряда.

Ключевые слова: титан губчатый, определение молибдена, экстракционно-фотометрический метод

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.И. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 22.02.2000. Подписано в печать 06.04.2000. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,47. Тираж 204 экз. С 4833. Зак. 296.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102