

**СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ****Метод определения молибдена**Vanadium base alloys and alloying elements.  
Method for determination of molybdenum**ГОСТ**  
**26473.6-85**

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1985 г. № 751 срок действия установлен

с 01.07.86  
до 01.07.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения молибдена (от 10 до 35%) в сплавах и лигатурах на основе ванадия, содержание сопутствующих компонентов в которых приведено в табл. 1.

Таблица 1

Сопутствующий компонент	Массовая доля, %, не более
Алюминий	50
Железо	10
Кремний	1
Марганец	2,5
Титан	25
Углерод	5
Хром	40

Метод основан на образовании в сернокислой среде окрашенного комплексного соединения пентавалентного молибдена с роданид-ионами и фотометрировании окраски раствора.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 26473.0—85.

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

Весы аналитические.

Весы технические.

Электроды муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру 700—800°C.

Плитка электрическая.

Чашки платиновые.

Стаканы химические вместимостью 200, 250 см<sup>3</sup>.

Воронки стеклянные конические.

Колбы мерные вместимостью 100, 200 см<sup>3</sup>, 1 дм<sup>3</sup>.

Колбы полиэтиленовые с пробкой вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Эксикатор с хлористым кальцием.

Кальций хлористый (плавленый) по ГОСТ 4460—77.

Тигли фарфоровые.

Микробюретка вместимостью 10 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,02 см<sup>3</sup>.

Пипетки вместимостью 2 и 5 см<sup>3</sup> с делениями.

Пипетки вместимостью 25 см<sup>3</sup> без делений.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 100 см<sup>3</sup>.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Метиловый оранжевый (индикатор), водный раствор концентрации 1 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:3.

Калий пироксернистый по ГОСТ 7172—76.

Медь (II) сернистая 5-водная по ГОСТ 4165—78, раствор концентрации 10 г/дм<sup>3</sup>.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, раствор концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>.

Калий роданистый по ГОСТ 4139—75, раствор концентрации 500 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78.

Молибден металлический, содержащий не менее 99,9% молибдена.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, растворы концентрации 500 и 30 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

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

Танин фармацевтический (ГДР), раствор концентрации 10 г/дм<sup>3</sup> в уксусной кислоте, разбавленной 5:95, свежеприготовленный.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, концентрированная и разбавленная 5:95.

Допускается приготовление стандартных растворов с использованием различных исходных веществ: молибдена металлического (серия А) и аммония молибденовокислого (серия Б).

#### Серия А

Стандартный раствор молибдена, содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> молибдена (раствор А<sub>1</sub>): 0,1 г металлического молибдена помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 5—10 см<sup>3</sup> перекиси водорода. Приливают по каплям аммиак до обесцвечивания раствора, нагревают и кипятят несколько минут для разрушения перекиси водорода; раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и разбавляют до метки водой.

Стандартный раствор молибдена, содержащий 0,02 мг/см<sup>3</sup> (50 мкг/см<sup>3</sup>) молибдена (раствор А<sub>2</sub>) готовят в день употребления разбавлением раствора А<sub>1</sub> водой в 20 раз. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

#### Серия Б

Стандартный раствор молибдена, содержащий около 1 мг/см<sup>3</sup> молибдена (раствор Б<sub>1</sub>): 1,84 г молибденовокислого аммония помещают в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup> и растворяют в 50—70 см<sup>3</sup> воды, нагретой до 70—80°C. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, разбавляют до метки водой. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Точную массовую концентрацию молибдена устанавливают гравиметрическим методом. Для этого в четыре стакана вместимостью 250 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой по 25 см<sup>3</sup> стандартного раствора молибдена (Б<sub>1</sub>), приливают по 25—30 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> аммиака, 2—3 капли раствора метилового оранжевого и нейтрализуют соляной кислотой до перехода окраски раствора из желтой в красную. Добавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 20 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого аммония концентрацией 500 г/дм<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup> концентрированной уксусной кислоты. Содержимое одного из стаканов нагревают до кипения, приливают из бюретки по каплям раствор уксуснокислого свинца до просветления раствора и до тех пор, пока капля испытуемого раствора, где проводится осаждение молибдена, не будет образовывать с раствором танина, нанесенным на фильтровальную бумагу, желтого пятна. В этом случае осаждение молибдена считают полным. К содержимому стакана приливают еще 5 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого свинца. Объем раствора уксуснокислого свинца, пошедший на осаждение молибдена в кубических сантиметрах, фиксируют. Содержимое трех оставшихся стаканов нагревают до кипения и приливают в них фиксированное количество кубических сантиметров раствора уксуснокислого свинца. Стаканы выдерживают 30 мин при 60—70°C на электроплите, фильтруют горячий раствор через

Фильтр «синяя лента». Осадок на фильтре промывают 4—5 раз горячим раствором уксуснокислого аммония концентрацией 30 г/дм<sup>3</sup>. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы, сушат, озоляют, прокаливают при 550—600°C в муфельной печи в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе, взвешивают. Прокаливание и взвешивание повторяют до получения постоянной массы.

Массовую концентрацию (С) стандартного раствора молибдена (раствор Б<sub>1</sub>), выраженную в мг/см<sup>3</sup> молибдена, вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m \cdot 0,2613}{25},$$

где  $m$  — масса осадка молибдата свинца, мг;  
0,2613 — коэффициент пересчета молибдата свинца на молибден.

Стандартный раствор молибдена, содержащий 0,05 мг/см<sup>3</sup> (50 мкг/см<sup>3</sup>) молибдена (раствор Б<sub>2</sub>), готовят в день употребления разбавлением раствора Б<sub>1</sub> водой в 20 раз. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г (для сплавов состава ванадий—хром—молибден—алюминий—железо, ванадий—алюминий—молибден—титан—углерод) помещают в платиновую чашку, приливают 30—35 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:3, и 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, нагревают до полного растворения пробы. Если раствор в чашке упарился до 15—20 см<sup>3</sup>, а навеска не растворилась, содержимое чашки охлаждают до 30—40°C, обмывают водой стенки чашки, приливают 3—5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и снова нагревают. Операцию добавления азотной кислоты повторяют несколько раз до полного растворения навески пробы. Содержимое чашки упаривают до выделения паров серного ангидрида, охлаждают до комнатной температуры, приливают воды, нагревают до полного растворения солей, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, охлаждают и доводят до метки водой.

3.2. Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г (для сплавов состава ванадий—хром—молибден—алюминий) помещают в платиновую чашку, добавляют 2 г пирокислотного калия и 2—3 капли концентрированной серной кислоты, расплавляют на электроплите, помещают в муфель, сплавляют при 700—800°C до получения прозрачного плава и охлаждают до комнатной температуры. Плава выщелачивают 30 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:3, при нагревании до 60—70°C, охлаждают до комнатной

температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> и доводят водой до метки.

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Для определения молибдена в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 2 см<sup>3</sup> раствора пробы, приготовленного по п. 3.1 и 3.2, или 2 см<sup>3</sup> основного раствора, полученного по ГОСТ 26473.3—85 и разбавленного водой в 4 раза, содержащих 200—400 мкг молибдена, приливают 35 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, разбавленной 1:3, 1 см<sup>3</sup> раствора сернистой меди, 5 см<sup>3</sup> раствора тиомочевины. Спустя 10 мин к раствору приливают 2,5 см<sup>3</sup> раствора роданистого калия и доводят до метки водой, выдерживают в течение 20 мин. Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны 430 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по отношению к воде.

Массу молибдена находят по градуировочному графику.

4.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> вводят из микробюретки 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и 10,0 см<sup>3</sup> рабочего стандартного раствора молибдена, что соответствует 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400, 450 и 500 мкг молибдена. Приливают по 35 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и далее поступают, как описано в п. 4.1.

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

#### 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \cdot 10^4},$$

где  $m_1$  — масса молибдена, найденная по градуировочному графику, мкг;

$V$  — вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля молибдена, %	Допускаемое расхождение, %
10	0,7
15	1
20	1,4
25	1,7
30	2,1
35	2,4

**Изменение № 1 ГОСТ 26473.6—85 Сплавы и лигатуры на основе ванадия. Метод определения молибдена**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.05.91 № 677**

**Дата введения 01.01.92**

Раздел 2. Заменить слова: «Стандартный раствор молибдена, содержащий 0,02 мг/см<sup>3</sup> (50 мкг/см<sup>3</sup>) молибдена (раствор А<sub>2</sub>) готовят» на «Стандартный

*(Продолжение см. с. 38)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 26473.6—85)*

раствор молибдена, содержащий 0,05 мг/см<sup>3</sup> (50 мкг/см<sup>3</sup>) молибдена на (раствор А<sub>2</sub>), готовят»;

исключить слова: «Кальций хлористый (плавленый) по ГОСТ 4460—77».

Пункт 4.1. Первый абзац. Заменить слова: «отбирают пипеткой 2 см<sup>3</sup> раствора пробы» на «отбирают пипеткой 1—2 см<sup>3</sup> раствора пробы».

Раздел 5. Пункт 4.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Значения допускаемых расхождений приведены в табл. 2»;

таблица 2. Графа «Массовая доля молибдена, %». Заменить значения: 10 на 10,0; 15 на 15,0; 20 на 20,0; 25 на 25,0; 30 на 30,0; 35 на 35,0.

(ИУС № 8 1991 г.)