

ГОСТ 11930.11—79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛИБДЕНА

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2011

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Метод определения молибдена

Hard-facing materials.
Method of molybdenum determination

ГОСТ
11930.11—79

МКС 25.160.20
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 дата введения установлена

01.07.80

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания молибдена (при массовой доле молибдена от 0,08 до 3,0 %) в прутках для наплавки и порошках из сплавов для наплавки.

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения молибдена с роданидом в присутствии тиомочевины.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 11930.0—79.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Медь сернистая по ГОСТ 4165—78, раствор с массовой долей 1 %.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, раствор с массовой долей 10 %.

Аммоний роданистый, раствор с массовой долей 50 %.

Аммоний молибденовоокислый перекристаллизованный по ГОСТ 3765—78.

Растворы молибдена стандартные:

Раствор А; готовят следующим образом: 0,184 г молибденовоокислого аммония растворяют в дистиллированной воде. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора А содержит 0,0001 г молибдена.

Раствор Б; готовят разбавлением водой раствора А в 10 раз.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г молибдена.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Издание (август 2011 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1984 г.,
декабре 1989 г. (ИУС 3—85, 3—90)

© Издательство стандартов, 1979
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Молибден определяют из фильтрата, полученного после отделения железа по ГОСТ 11930.10—79. Из мерной колбы вместимостью 100 см³ отбирают 5—10 см³ анализируемого раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³. В колбу приливают 5 см³ раствора с массовой долей 10 % винной кислоты, 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 2 см³ раствора с массовой долей 1 % сернистой меди, 10 см³ 10 %-ного раствора тиомочевины, 5 см³ раствора с массовой долей 10 % роданистого аммония. После прибавления каждого реактива содержание колбы перемешивают, разбавляют дистиллированной водой до метки и снова перемешивают.

Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром ($\lambda = 490$ нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм. Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт, раствор которого используют в качестве раствора сравнения. Содержание молибдена находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Построение градуировочного графика

В девять мерных колб вместимостью 50 см³ помещают 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 см³ стандартного раствора молибдена Б. В десятую колбу стандартный раствор не приливают. Она служит для проведения контрольного опыта.

В каждую колбу приливают по 5 см³ раствора с массовой долей 10 % винной кислоты и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

По полученным данным строят градуировочный график.

3.1, 3.2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

V — аликвотная часть анализируемого раствора, см³;

m_1 — масса навески, г.

4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

| Массовая доля молибдена, % | Допускаемые расхождения трех параллельных определений, % | Допускаемые расхождения результатов анализа, % |
|----------------------------|--|--|
| От 0,080 до 0,100 включ. | 0,005 | 0,010 |
| Св. 0,100 » 0,150 » | 0,010 | 0,015 |
| » 0,150 » 0,200 » | 0,020 | 0,030 |
| » 0,200 » 1,000 » | 0,050 | 0,060 |
| » 1,000 » 2,000 » | 0,100 | 0,150 |
| » 2,000 » 3,000 » | 0,150 | 0,200 |

(Измененная редакция, Изм. № 2).