

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ**Метод определения молибдена**Hard-facing materials
Method of molybdenum determination**ГОСТ
11930.11-79***

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 срок введения установлен

с 01.07.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 13.12.84 № 4262 срок действия продлен

до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания молибдена (при массовой доле молибдена от 0,08 до 0,20%) в прутках для наплавки марки Пр-С27 по ГОСТ 21449-75 и порошках из сплавов для наплавки марки ПГ-С27 по ГОСТ 21448-75.

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

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, 10%-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

Медь сернистая по ГОСТ 4165-78, 1%-ный раствор.

Тиомочевина по ГОСТ 6344-73, 10%-ный раствор.

Аммоний роданистый, 50%-ный раствор.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765-78.

Растворы молибдена стандартные:

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (январь 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1984 г. (ИУС 3-85).



Раствор А; готовят следующим образом: 0,184 г молибденово-кислого 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.

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 10%-ного раствора винной кислоты, 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, 2 см³ 1%-ного раствора сернокислой меди, 10 см³ 10%-ного раствора тиомочевины, 5 см³ 10%-ного раствора роданистого аммония. После прибавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают, разбавляют дистиллированной водой до метки и снова перемешивают.

Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют на фотозлектроколориметре 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).

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 10%-ного раствора винной кислоты и далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

По полученным данным строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

V — аликвотная часть анализируемого раствора, см³;

m_1 — масса навески, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений, при доверительной вероятности $P=0,95$, не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля молибдена, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,08 до 0,10	0,005
Св. 0,10 > 0,15	0,01
> 0,15 > 0,2	0,02

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 20.12.89 № 3905

Дата введения 01.07.90

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «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».

Раздел 2. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %» (2 раза); «1 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 1 %»; «50 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 50 %»;

шестой абзац дополнить словом: «перекристаллизованный».

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова: «1 %-ного раствора» на «раствора с массовой долей 1 %»; «10 %-ного раствора» на «раствора с массовой долей 10 %» (2 раза).

Пункт 3.2. Второй абзац. Заменить слова: «10 %-ного раствора» на «раствора с массовой долей 10 %».

(Продолжение см. с. 52)

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать значений допустимых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля молибдена, %	Допустимые расхождения трех параллельных определений, %	Допустимые 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

(ИУС № 3 1990 г.)