УДК 622.346.2-15:546.811.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МОЛИБДЕНОВЫЕ

Метод определения олова

Molibdenum concentrates.
Method for the determination
of tin content

ГОСТ 2082.6—81

Взамен
ГОСТ 2082.6—71

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1196 срок действия установлен

с 01.01. 1982 г.
до 01.07 1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на молибденовые концентраты и устанавливает фотоколориметрический метод определения олова (при содержании от 0,005 до 0,1 %).

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения олова с фенилфлуороном после предварительного осаждения олова тиоацетамидом на коллекторе — сульфиде ртути.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 2082.0—81.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр любого типа.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:4.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:100, 1:1.

Кислота винная (виннокаменная кислота) по ГОСТ 5817—77, раствор 500 г/дм^3.

Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815—76.

gost.e-ecolog.ru

Царская водка (3 части соляной кислоты, 1 часть азотной кислоты).

Ртуть азотнокислая закисная по ГОСТ 4521—78, раствор 10 г/дм^3.

Танин, свежеприготовленный, 1 %-ный раствор в разбавленной 5:95 уксусной кислоте.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Тиоацетамид, 2 %-ный раствор; готовят следующим образом: 2 г тиоацетамида растворяют в небольшом количестве воды и доливают до 100 см^3 водой.

Буферный раствор; готовят следующим образом: 20 г уксуснокислого натрия растворяют в 70 см^3 воды, приливают 70 см^3 98 %-ной уксусной кислоты и разбавляют до 200 см^3.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 1 %-ный спиртовый раствор.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, свежеприготовленный раствор 5 г/дм^3; готовят следующим образом: 0,5 г желатина помещают в стакан вместимостью 200 см^3, приливают 40—50 см^3 горячей воды и перемешивают стеклянной палочкой до растворения. Раствор охлаждают, разбавляют до 100 см^3 водой и перемешивают.

Фенилфлуорон, 0,03 %-ный спиртовый раствор; готовят следующим образом: 0,03 г фенилфлуорона помещают в стакан вместимостью 150 см^3, приливают 50 см^3 этилового спирта, 1 см^3 разбавленной 1:1 серной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают до полного растворения. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают спиртом до 100 см^3 и перемешивают.

Спирт этиловый (этанол) по ГОСТ 5962—67.

Олово не ниже марки ОГ по ГОСТ 860—75.

Стандартные растворы олова:

раствор А, готовят следующим образом: 0,100 г олова, помещают в стакан вместимостью 100—150 см^3, приливают 10 см^3 серной кислоты и нагревают до растворения. Раствор охлаждают, доливают до 50—70 см^3 разбавленной 1:9 серной кислотой, перемешивают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки серной кислотой той же концентрации и снова перемешивают. Раствор устойчив длительное время.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг олова;

раствор Б; готовят перед употреблением следующим образом: отбирают пипеткой 10 см^3 раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки разбавленной 1:9 серной кислотой.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг олова.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты, нагревают до удаления окислов азота, затем приливают 15 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 20 см³ 25 %-ного раствора аммиака, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают в течение 2—3 мин. Раствор разбавляют водой до 150 см³, приливают 10 см³ раствора винной кислоты, 2 см³ 1 %-ного раствора азотнокислой закисной ртути, нагревают до кипения, приливают разбавленной 1:1 соляной кислоты до pH 7,5—8,5. pH раствора устанавливают универсальной индикаторной бумагой. К раствору добавляют 10 см³ 2 %-ного раствора тиоацетамида, нагревают до начала кипения, снова приливают 10 см³ раствора тиоацетамида и оставляют в теплом месте на плите. Через 2 ч осадок отфильтровывают, тщательно отмывают от молибдена разбавленным 1:100 раствором аммиака до тех пор, пока капля промывной жидкости не перестанет давать окрашивание с каплей раствора танина, растворяют на фильтре в 30 см³ горячей разбавленной 1:1 царской водки.

Фильтр промывают 3—4 раза горячей водой и отбрасывают, а в фильтрат приливают 2 см³ концентрированной серной кислоты и осторожно выпаривают до выделения густых паров. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Отбирают аликвотную часть 10 см³ в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают воды до 20 см³, 1 каплю фенолфталеина, разбавленный 1:1 аммиак до появления малиновой окраски, разбавленную 1:4 серную кислоту до обесцвечивания раствора и 5 см³ в избыток. Раствор охлаждают, добавляют при помешивании 10 см³ буферной смеси, 1 см³ 0,5 %-ного раствора желатина, 2 см³ 0,03 %-ного спиртового раствора фенилфлуорона и 0,03—0,04 г аскорбиновой кислоты. Раствор перемешивают, доливают водой до метки и снова перемешивают. Через 20 мин раствор фотометрируют, измеряя оптическую плотность на фотоэлектроколориметре и применяя светофильтр с максимумом светопропускания 508 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Содержание олова в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью по 50 см³ микробюреткой отмеривают 0,5; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б. В седьмую колбу стандартный раствор не вводят.

Во все колбы приливают воду до объема 10 см³, по одной капле фенолфталеина, аммиак до изменения окраски раствора и далее продолжают, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который стандартный раствор олова не вводили.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им содержаниям олова строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где C — количество олова, найденное по градуировочному графику, мг;

V — объем испытуемого раствора в мерной колбе, см³;

m — масса навески концентрата, г;

V_1 — объем аликвотной части испытуемого раствора, взятый для колориметрирования, см³.

4.2. Расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля олова, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,005 до 0,03	0,003
Св. 0,03 » 0,05	0,004
» 0,05 » 0,07	0,005
» 0,07 » 0,1	0,007

Изменение № 1 ГОСТ 2082.6—81 Концентраты молибденовые. Метод определения олова

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.12.86 № 3886 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1741.

Раздел 2. Восьмой абзац. Исключить слова: «по ГОСТ 4815—76»; дополнить абзацем (после восьмого): «гипофосфит натрия по ГОСТ 200—76, или гипофосфит кальция по ГОСТ 11678—75»;

(Продолжение см. с. 58)

одиннадцатый, пятнадцатый абзацы. Исключить слово: «1 %-ный»; после слова «раствор» дополнить значением: 10 г/дм³;

тринадцатый абзац изложить в новой редакции: «Тиоацетамидраствор 20 г/дм³, готовят следующим образом: 2 г тиоацетамида растворяют в небольшом количестве воды и доливают затем до 100 см³ водой или натрий сернистый по ГОСТ 2053—77, раствор 30 г/дм³»;

семнадцатый абзац. Исключить слово. «0,03 %-ный; после слова «раствор» дополнить значением: 0,3 г/дм³;

(Продолжение см. с. 59)

восемнадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 5962—77.

Раздел 3. По всему тексту после слова «тиацетамида» дополнить словами: «или 10 $см^3$ натрия сернистого».

Пункт 3.1. Первый абзац. Исключить слова: 25 %-ного, 1 %-ного, 2 %-ного,

(Продолжение см. с. 60)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.6—81)

второй абзац. Исключить слова: 0,5 %-ного, «0,03 %-ного спиртового»; после слов «аскорбиновой кислоты» дополнить словами: «или по 0,03—0,04 г гипофосфита натрия или гипофосфита кальция».

(ИУС № 3 1987 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 2082.6—81 Концентраты молибденовые. Методы определения олова

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 04.10.91 № 1594

Дата введения 01.05.92

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слова: «при содержании» на «массовой доле»,

Раздел 2. Заменить ссылки: ГОСТ 11678—75 на ТУ 6—09—6278—86, ГОСТ 5850—72 на ТУ 6—09—5360—87, ГОСТ 11293—78 на ГОСТ 11293—89.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной ве-

(Продолжение см. с. 22)

роятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_{сх}$) и воспроизводимости (D), приведенных в таблице.

Массовая доля олова, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ($d_{сх}$)	анализов (D)
От 0,005 до 0,030 включ.	0,003	0,005
Св. 0,030 » 0,050 »	0,004	0,005
» 0,050 » 0,070 »	0,005	0,007
» 0,070 » 0,100 »	0,007	0,010

(ИУС № 1 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru