МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКИСИ

Метод определения молибдена и вольфрама

Rare-earth metals and their oxides.
Method of determination of molybdenum and tungsten

ГОСТ 23862.28—79

МКС 77.120.99
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 дата введения установлена

01.01.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения молибдена и вольфрама (от $2 \cdot 10^{-4}$ % до $3 \cdot 10^{-2}$ % каждого) в редкоземельных металлах и их окисях (кроме церия и его двуокиси).

Метод основан на последовательной экстракции хлороформом окрашенных комплексных соединений молибдена или вольфрама с дитиолом с последующим измерением оптической плотности экстрактов. Содержание молибдена и вольфрама находят по градуировочным графикам.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23862.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный.

Плитка электрическая.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 $см^3$.

Колбы конические вместимостью 100 $см^3$.

Пипетки вместимостью 1, 5 и 10 $см^3$.

Воронки делительные вместимостью 50—75 $см^3$.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., концентрированная и разбавленная 1 : 2.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., разбавленная 1 : 4.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч. д. а., 2 моль/$дм^3$ раствор.

Цинк-дитиол (3, 4-димеркаптотолуола цинковая соль), ч. д. а., раствор с концентрацией 10 г/$дм^3$ в 2 моль/$дм^3$ растворе гидроокиси натрия, готовится в день употребления.

Смесь раствора цинк-дитиола с соляной кислотой: к 300 $см^3$ раствора соляной кислоты, разбавленной 1 : 2, приливают 25 $см^3$ раствора цинк-дитиола, при этом получается тонкая муть дитиола.

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288—74, ч. д. а.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, х. ч.

Титан металлический марки ВТ 1—00.

Титан (III) сернокислый, раствор с концентрацией 10 г/$дм^3$. 1 г металлического титана растворяют при нагревании в 100 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1 : 4, с добавлением 2 $см^3$ фтористоводородной кислоты; готовят в день употребления.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1985 г. (ИУС 7—85).

gost.e-ecolog.ru

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, х. ч.

Стандартный раствор молибдена (запасной), содержащий 1 мг/см^3 молибдена: 1,840 г молибденовокислого аммония растворяют в воде, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор молибдена, содержащий 10 мкг/см^3 молибдена, готовят в день употребления разбавлением стандартного раствора водой в 100 раз.

Натрий вольфрамовокислый по ГОСТ 18289—78.

Стандартный раствор вольфрама (запасной), содержащий 1 мг/см^3 вольфрама: 1,7941 г вольфрамовокислого натрия растворяют в воде; раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор вольфрама, содержащий 10 мкг/см^3 вольфрама, готовят в день употребления разбавлением запасного раствора водой в 100 раз.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы массой 1—0,1 г (в зависимости от содержания определяемых элементов) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 концентрированной соляной кислоты, 3—4 капли пероксида водорода и растворяют при нагревании. После полного растворения пробы раствор кипятят до прекращения выделения пузырьков кислорода, охлаждают до комнатной температуры, добавляют 25 см^3 смеси раствора цинк-дитиола с соляной кислотой, перемешивают. Раствор выдерживают в течение 30 мин, периодически перемешивая его. Затем раствор переводят в делительную воронку вместимостью 50—75 см^3, добавляют 5 см^3 четыреххлористого углерода и экстрагируют комплекс молибдена с дитиолом, встряхивая воронку в течение 2 мин. После расслаивания жидкостей органический слой фильтруют через сухой фильтр в кювету с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм (водный слой оставляют для определения вольфрама). Оптическую плотность измеряют на фотоэлектроколориметре ФЭК-56 при λ_{max} 630 нм. В качестве раствора сравнения используют четыреххлористый углерод. Одновременно с анализом пробы через все стадии анализа проводят контрольный опыт на реактивы. Полученное значение оптической плотности контрольного опыта вычитают из значения оптической плотности испытуемого раствора. Значение оптической плотности раствора контрольного опыта не должно превышать 0,03, в противном случае реактивы заменяют. Массу молибдена находят по градуировочному графику.

3.2. Построение градуировочного графика

В конические колбы вместимостью 100 см^3 вводят по 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см^3 раствора молибдена (содержащего 10 мкг/см^3 молибдена), добавляют 25 см^3 смеси раствора цинкдитиола с соляной кислотой, перемешивают. Раствор выдерживают 30 мин, периодически перемешивая его. Затем раствор переводят в делительную воронку вместимостью 50—75 см^3, добавляют 5 см^3 четыреххлористого углерода и экстрагируют комплекс молибдена с дитиолом, встряхивая воронку в течение 2 мин. После расслаивания жидкостей органический слой фильтруют через сухой фильтр в кювету с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре при λ_{max} 630 нм. В качестве сравнения используют четыреххлористый углерод.

В одну из колб вводят все реактивы, кроме раствора молибдена (нулевой раствор). Значение оптической плотности нулевого раствора вычитают из значений оптических плотностей растворов шкалы. Измерение повторяют пять раз из новых порций раствора.

По полученным данным строят градуировочный график, нанося на оси ординат значения оптической плотности, а на оси абсцисс — массу молибдена в мкг.

Отдельные точки графика проверяют не реже одного раза в месяц.

3.3. Водный слой после экстракции молибдена помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, упаривают до ~ 10 см^3, добавляют 25 см^3 концентрированной соляной кислоты, 10 см^3, раствора сернокислого титана, выдерживают на водяной бане при 70—80 °С в течение 10 мин, добавляют 2 см^3 смеси раствора цинк-дитиола с соляной кислотой и нагревают в течение 10 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в делительную воронку вместимостью 50—75 см^3, добавляют 5 см^3 четыреххлористого углерода и экстрагируют комплекс вольфрама с дитиолом, встряхивая воронку в течение 2 мин. После расслаивания жидкостей, органический слой фильтруют через сухой фильтр в кювету с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм и измеряют

оптическую плотность на фотоэлектроколориметре при λ_{max} 630 нм. В качестве раствора сравнения используют четыреххлористый углерод.

Одновременно с анализом пробы через все стадии анализа проводят контрольный опыт на реактивы. Оптическая плотность контрольного раствора не должна превышать 0,02, в противном случае заменяют реактивы.

Оптическую плотность контрольного раствора вычитают из значения оптической плотности испытуемого раствора. Массу вольфрама находят по градуировочному графику.

3.4. Построение градуировочного графика

В конические колбы вместимостью 100 см^3 вводят по 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см^3 раствора вольфрама (содержащего 10 мкг/см^3 вольфрама), добавляют 25 см^3 концентрированной соляной кислоты, 10 см^3 раствора сернокислого титана, выдерживают на водяной бане при 70—80 °С в течение 10 мин. Затем добавляют 2 см^3 смеси раствора цинк-дитиола с соляной кислотой и нагревают еще 10 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в делительную воронку вместимостью 50—75 см^3, добавляют 5 см^3 четыреххлористого углерода и экстрагируют комплекс вольфрама с дитиолом, встряхивая воронку в течение 2 мин. После расслаивания жидкостей органический слой фильтруют через сухой фильтр в кювету с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре при λ_{max} 630 нм. В качестве раствора сравнения используют четыреххлористый углерод.

В одну из колб вводят все реактивы, кроме раствора вольфрама (нулевой раствор). Значение оптической плотности нулевого раствора вычитают из значений оптических плотностей растворов шкалы. По полученным данным строят градуировочный график, нанося на оси ординат значения оптической плотности раствора, а на оси абсцисс — массу вольфрама.

Отдельные точки графика проверяют не реже одного раза в месяц.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — масса молибдена (вольфрама) в образце, найденная по градуировочному графику, мкг;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений или результатов двух анализов не должны превышать допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля молибдена (вольфрама), %	Допускаемое расхождение, %
$2 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$
$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$
$3 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$

gost.e-ecolog.ru