УДК 622.346.2-15:546.86.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МОЛИБДЕНОВЫЕ

Метод определения сурьмы

Molibdenum concentrates.
Method for the determination
of stibium content

ГОСТ 2082.11—81

Взамен
ГОСТ 2082.11—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 до 01.07.92 ИЧСЗ-87

Настоящий стандарт распространяется на молибденовые концентраты и устанавливает фотоколориметрический метод определения сурьмы (при содержании от 0,005 до 0,03 %).

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения аниона пятивалентной сурьмы с кристаллическим фиолетовым, экстрагируемого толуолом.

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 серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1, 1:9, 3:97.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, раствор 10 г/дм^3.

Кристаллический фиолетовый, раствор 2 г/дм^3.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, свежеприготовленный раствор 100 г/дм^3.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Мочевина по ГОСТ 6691—77, насыщенный раствор: готовят следующим образом: 50 г мочевины помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 50 см³ воды и нагревают до растворения. Раствор фильтруют.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—78, раствор 100 г/дм³; готовят следующим образом: 10 г соли помещают в стакан и растворяют при нагревании в 100 см³ соляной кислоты.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Церий сернокислый (окисный), раствор; готовят следующим образом: 4 г водной или 3,3 г безводной соли помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 40—50 см³ разбавленной 3:97 серной кислоты. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки той же кислотой и перемешивают.

Сурьма не ниже марки Су00 по ГОСТ 1089—73.

Стандартные растворы сурьмы:

раствор А; готовят следующим образом: 0,100 г тонкоизмельченной сурьмы помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ серной кислоты и нагревают до полного растворения сурьмы. Раствор охлаждают, осторожно приливают воду до объема 150 см³, снова охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки разбавленной 1:9 серной кислотой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг сурьмы;

раствор Б; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 10 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки разбавленной 1:9 серной кислотой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг сурьмы.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 1 г помещают в колбу вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ азотной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают до полного удаления окислов азота. Часовое стекло снимают, обмывают над колбой водой и раствор выпаривают до 5—7 см³. Раствор охлаждают, приливают 15 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты и выпаривают до появления густых паров серной кислоты. Затем для сжигания органических веществ осторожно, по каплям приливают азотную кислоту до обесцвечивания раствора. Содержимое колбы охлаждают, стенки колбы обмывают водой и выпаривают раствор до влажных солей. Остаток охлаждают, приливают 30 см³ соляной кислоты, нагревают до начала кипения и оставляют на 5—10 мин на теплой плите. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³ доливают до метки соляной кислотой и перемешивают.

Подготовку сурьмы для экстракции можно проводить двумя способами: с сернокислым церием и с двухлористым оловом.

1-й способ. Пипеткой отмеривают 10 см³ раствора в стакан вместимостью 100 см³, приливают 3 см³ воды, 10 капель раствора сернокислого церия и через 1 мин по каплям раствор солянокислого гидроксиламина до обесцвечивания раствора, 2 капли в избыток и перемешивают.

2-й способ. К аликвотной части раствора 10 см³ приливают 3 см³ воды, по каплям раствор двухлористого олова до изменения окраски раствора, через 1 мин — 1 см³ раствора азотистокислого натрия, через 5 мин — 10 см³ воды, 1 см³ раствора мочевины и перемешивают.

Раствор, подготовленный тем или другим способом, переливают в делительную воронку вместимостью 150—200 см³, доливают водой до объема 75 см³. К раствору в делительной воронке приливают при перемешивании 20 капель кристаллического фиолетового, 30 см³ отмеренной бюреткой толуола и встряхивают содержимое воронки в течение 1 мин. После расслаивания жидкостей толуоловый слой отделяют в сухой стакан, в который помещен 1 г сернокислого натрия, и измеряют оптическую плотность экстракта на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 610 нм и кюветы с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм.

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

3.2. Для построения градуировочного графика в шесть стаканов вместимостью по 100 см³ микробюреткой отмеривают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см³ стандартного раствора Б. Растворы выпаривают почти досуха, охлаждают, приливают по 10 см³ соляной кислоты, нагревают до начала кипения и оставляют на 5—10 мин на теплой плите. Затем раствор охлаждают, приливают по 3 см³ воды и далее проводят испытание как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит толуол.

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где C — количество сурьмы, 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, см^3.

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

Массовая доля сурьмы, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,005 до 0,01	0,001
Св. 0,01 » 0,02	0,002
» 0,02 » 0,05	0,004

Изменение № 1 ГОСТ 2082.11—81 Концентраты молибденовые. Метод определения сурьмы

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.12.86 № 3887 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1741.
Раздел 2. Заменить ссылку: ГОСТ 1089—73 на ГОСТ 1089—82.

(ИУС № 3 1987 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 2082.11—81 Концентраты молибденовые. Метод определения сурьмы

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 от 0,005 до 0,03 %» на «при массовой доле от 0,005 до 0,05 %».

Раздел 2. Девятый абзац. Заменить слово: «Мочевина» на «Карбамид (мочевина)»;

заменить ссылку: ГОСТ 36—78 на ТУ 6—09—5384—88.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать значений абсолютных допускаемых

(Продолжение см. с. 26)

расхождений сходимости ($d_{сх}$) и воспроизводимости (D), приведенных в таблице.

Массовая доля серы, %	Абсолютно допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ($d_{сх}$)	анализов (D)
От 0,005 до 0,010 включ.	0,001	0,002
Св. 0,010 » 0,020 »	0,002	0,003
» 0,020 » 0,050 »	0,004	0,006

(ИУС № 1 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru