УДК 622.346.2-15:543.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МОЛИБДЕНОВЫЕ

Метод определения вольфрамового ангидрида

Molibdenum concentrates.
Method for the determination
of tungsten anhydride content.

ГОСТ 2082.10—81

Взамен
ГОСТ 2082.10—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 фотометрический метод определения вольфрамового ангидрида (при содержании от 0,2 до 6 %).

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения пятивалентного вольфрама с роданидом в солянокислом растворе после отделения молибдена в виде сульфида.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр любого типа.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 2:1.
Кислота винная (виннокаменная кислота) по ГОСТ 5817—77.
Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478—75.
Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78.
Аммоний роданистый по СТ СЭВ 222—75, раствор 250 г/дм^3.
Натрия гидроокись (натр едкий) по ГОСТ 4328—77, раствор 200 г/дм^3.
Натрий сернистый (сульфид натрия) по ГОСТ 2053—77.

gost.e-ecolog.ru

Натрия перекись.

Спирт этиловый (гидролизный) ректификованный.

Титан треххлористый (раствор) по ГОСТ 311—78.

Ангидрид вольфрамовый:

раствор А; готовят следующим образом: 0,500 г вольфрамового ангидрида, прокаленного при 750—800 °С, растворяют в 200 см³ раствора едкого натра, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг вольфрамового ангидрида;

раствор Б; готовят следующим образом: пипеткой отбирают 50 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,2 мг вольфрамового ангидрида.

Стандартные растворы хранят в полиэтиленовой посуде.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 0,25 г помещают в железный тигель, прибавляют 3 г перекиси натрия, перемешивают железной проволочкой, добавляют еще 2 г перекиси натрия и помещают в муфельную печь, нагретую до 450—500 °С. Затем температуру печи повышают до 750—800 °С, плав перемешивают и выдерживают при той же температуре 5—8 мин. Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 100—150 см³ теплой воды, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают содержимое до полного выщелачивания плава. Часовое стекло снимают, тигель вынимают щипцами и ополаскивают его над стаканом водой. Если раствор над осадком окрашен в зеленый или красный цвет, то приливают 5—10 капель этилового спирта, кипятят 1—2 мин и охлаждают. Раствор вместе с осадком переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Осадку дают отстояться, раствор фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата. Пипеткой отбирают аликвотную часть испытуемого раствора 100 см³ при содержании 0,2—1 % вольфрамового ангидрида или 50 см³ при содержании 1—6 % вольфрамового ангидрида и помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, приливают воду до объема раствора 120 см³, прибавляют 2 г винной кислоты и 12 см³ серной кислоты. Раствор нагревают до кипения и при перемешивании приливают небольшими порциями 50 см³ раствора сульфида натрия. Содержимое колбы кипятят в течение 20 мин, скоагулировавшийся осадок отфильтровывают на вату, уплотненную фильтробумажной массой, собирая фильтрат в коническую колбу вместимостью 400—450 см³. Колбу и фильтр с осадком промывают 8 раз водой, фильтр с осадком выбрасывают. Если фильтрат окрашен в синий

цвет, что указывает на присутствие восстановленного молибдена, то раствор кипятят 1—2 мин. Далее к раствору прибавляют 0,5 г винной кислоты, нагревают до кипения и при перемешивании приливают 10 см³ раствора сульфида натрия. Раствор кипятят до полного просветления, охлаждают, переливают вместе с осадком в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Осадку дают отстояться и раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата. Пипеткой отбирают 20 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 2,5 см³ роданистого аммония, 25 см³ разбавленной 2:1 соляной кислоты, перемешивают, приливают 1—2 капли треххлористого титана, доливают до метки разбавленной 2:1 соляной кислотой и снова перемешивают.

Через 10—15 мин измеряют оптическую плотность раствора, применяя светофильтры при содержании 0,2—1 % вольфрамового ангидрида с максимумом светопропускания 413 нм и при содержании 1—6 % вольфрамового ангидрида с максимумом светопропускания 453 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Содержание вольфрамового ангидрида в миллиграммах устанавливают по калибровочному графику.

3.2. Для построения калибровочного графика в семь железных тиглей помещают по 0,25 г молибденовокислого аммония, добавляют по 5 г перекиси натрия и перемешивают. Сплавление, выщелачивание, переведение в мерные колбы вместимостью по 250 см³ и фильтрование проводят, как указано в п. 3.1.

3.3. Для построения калибровочного графика при содержании от 0,2 до 1 % вольфрамового ангидрида в семь конических колб вместимостью по 250—300 см³ от растворов, полученных по п. 3.2, отбирают пипеткой аликвотные части по 100 см³. В шесть колб микробюреткой отмеривают 1, 2, 3, 4, 5 и 6 см³ стандартного раствора Б, что соответствует в колориметрируемых растворах 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,1 и 0,12 мг вольфрамового ангидрида. В седьмую колбу стандартный раствор Б не вводят. Во все колбы приливают воду до объема 120 см³, прибавляют по 2 г винной кислоты, по 12 см³ серной кислоты и далее продолжают, как указано в п. 3.2. Раствором сравнения служит раствор, в который стандартный раствор Б не вводили.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им содержаниям вольфрамового ангидрида строят калибровочный график.

3.4. Для построения калибровочного графика при содержании от 1 до 6 % вольфрамового ангидрида в семь конических колб вместимостью по 250—300 см³ от растворов, полученных по п. 3.2, отмеривают пипеткой аликвотные части по 50 см³. В шесть колб

микробюреткой отмеривают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует в колориметрируемых растворах 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 и 0,30 мг вольфрамового ангидрида. В седьмую колбу стандартный раствор А не вводят. Во все колбы приливают воду до объема растворов 120 см³, прибавляют по 2 г винной кислоты, по 12 см³ серной кислоты и далее продолжают, как указано в п. 3.1.

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

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им содержаниям вольфрамового ангидрида строят калибровочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{C \cdot V \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V_2 \cdot V_3 \cdot 1000},$$

где C — количество вольфрамового ангидрида, найденное по калибровочному графику, мг;

V, V_1 — объемы испытуемого раствора в мерных колбах, см³;

m — масса навески концентрата, г;

V_2 — объем аликвотной части испытуемого раствора, взятый для осаждения молибдена, см³;

V_3 — 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 вольфрамового ангидрида, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,2 до 0,4	0,04
Св. 0,4 » 0,8	0,06
» 0,8 » 1	0,08
» 1 » 2	0,12
» 2 » 4	0,24
» 4 » 6	0,30

Изменение № 1 ГОСТ 2082.10—81 Концентраты молибденовые. Метод определения вольфрамового ангидрида

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. Второй абзац дополнить словами: «и раствор 2 моль/дм³ (112 см³ серной кислоты вливают в 500 см³ воды, охлаждают и доливают водой до 1 дм³)»;

третий абзац дополнить словами: «раствор 250 г/дм³»;

девятый абзац дополнить словами: «и раствор 300 г/дм³»;

одиннадцатый абзац дополнить словами: «по ГОСТ 5962—77»;

(Продолжение см. с. 60)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.10—81)

двенадцатый абзац дополнить словами: «или титан сернокислый, раствор 25 г/дм³, в мерную колбу вместимостью 25 см³ вносят 2,5 см³ титана треххлористого и доливают до метки разбавленной соляной кислотой 250 г/дм³; или титан сернокислый, в мерную колбу вместимостью 25 см³ вносят 2,5 см³ титана сернокислого и доливают до метки серной кислотой 2 моль/дм³»;

дополнить абзацами (после двенадцатого): «Трехвалентный титан при хранении частично окисляется, вследствие чего перед употреблением необходимо проводить его восстановление. Для этого бюретку вместимостью 25 см³ заполняют амальгамированным цинком, наливают приготовленный раствор титана и после того, как раствор приобретает чисто фиолетовый цвет, употребляют в качестве восстановителя (раствором можно пользоваться в течение рабочего дня).

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, раствор 20 г/дм³.

Цинк гранулированный по ГОСТ 989—75.

(Продолжение см. с. 61)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.10—81)

Ртуть азотнокислая закисная по ГОСТ 4521—78, раствор 20 г/дм³ в азотной кислоте 20 г/дм³.

Цинк амальгамированный, приготовленный следующим образом: в стакан помещают 80—100 г гранулированного цинка, приливают раствор азотнокислой закисной ртути, чтобы цинк был полностью покрыт раствором и оставляют на

(Продолжение см. с. 62)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.10—81)

10 мин, время от времени взбалтывая содержимое стакана, затем раствор сливают и промывают цинк водой»

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова: «раствор кипятят 1—2 мин» на «раствор кипятят 5—10 мин, добавляют 0,05 г надсернокислого аммония и снова кипятят 1—2 мин», «1—2 капли треххлорксгого» на «1—2 капли раствора».

(ИУС № 3 1987 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 2082.10—82 Концентраты молибденовые. Метод определения вольфрамового ангидрида

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 0,2» на «при массовой доле от 0,1».

(Продолжение см. с. 24)

Раздел 2. Заменить ссылки: СТ СЭВ 222—75 на ГОСТ 27067—86; ГОСТ 311—78 на ТУ 6—09—01—756—88; ГОСТ 989—75 на ТУ 6—09—5292—86; ГОСТ 5962—77 на ГОСТ 5962—67;

(Продолжение см. с. 25)

десятый абзац дополнить ссылкой: «по ТУ 6—09—2706—79»;

тринадцатый абзац дополнить ссылкой: «по ТУ 6—09—17—250—88».

Раздел 3. По всему тексту заменить слова: «при содержании» на «при массовой доле» (6 раз).

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

(Продолжение см. с. 26)

Массовая доля вольфрамового ангидрида, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ($d_{ск}$)	анализов (D)
От 0,10 до 0,20 включ.	0,03	0,04
Св. 0,20 » 0,40 »	0,04	0,06
» 0,40 » 0,80 »	0,06	0,07
» 0,80 » 1,00 »	0,08	0,12
» 1,00 » 2,00 »	0,12	0,20
» 2,00 » 4,00 »	0,24	0,28
» 4,00 » 6,00 »	0,30	0,32

(ИУС № 1 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru