МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛИБДЕНА

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.346.3-15:546.77.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

Метод определения молибдена

ГОСТ
11884.9—78

Tungsten concentrate.
Method of determination of molybdenum

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовые концентраты всех марок, предусмотренных ГОСТ 213, и устанавливает фотоколориметрический метод определения молибдена при массовой доле от 0,005 до 5 %.

Метод основан на образовании комплексного соединения пятивалентного молибдена с роданид-ионом и фотоколориметрировании окрашенного раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329.

1.2. Требования безопасности — по ГОСТ 11884.15.

1.3. Контроль правильности результатов анализа — по ГОСТ 11884.15.

1.4. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М или типа КФК-2-УХЛ 4.2;

кислоту соляную по ГОСТ 3118;

кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную 1:1;

кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1, 7:93 и с массовой долей 10 %;

кислоту винную (виннокаменную) по ГОСТ 5817, раствор с массовой долей 60 %;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328;

натрия перекись;

водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929;

спирт этиловый (этанол) по ГОСТ 5962;

медь сернокислую по ГОСТ 4165, раствор с массовой долей 2 %, подкисленный несколькими каплями серной кислоты (в 1 $см^3$ раствора содержится около 3 мг меди);

аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей 50 %;

тиомочевину по ГОСТ 6344, водный раствор с массовой долей 10 %;

молибдат аммония по ГОСТ 3765;

трехокись молибдена;

стандартные растворы молибдена:

раствор А, приготовленный одним из следующих способов:

1) растворяют 1,840 г молибдата аммония в небольшом количестве горячей воды. После охлаждения переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

2) растворяют 0,1500 г трехокиси молибдена в нескольких миллилитрах 10 %-ного раствора едкого натра в мерной колбе вместимостью 1 дм^3, доводят до метки разбавленной 7:93 серной кислотой и перемешивают.

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

раствор Б, приготовленный следующим образом: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки 10 %-ным раствором серной кислоты и перемешивают.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В железный тигель (верхний диаметр 30 мм) помещают навеску концентрата массой в соответствии с табл. 1, прибавляют 3 г перекиси натрия, перемешивают проволокой и добавляют 4 г гидроокиси натрия. Нагревают тигель в муфельной печи сначала осторожно до расплавления щелочи, затем передвигают в более горячую зону и сплавляют при 600—650 °С в течение 10—15 мин до получения однородного прозрачного сплава. Тигель с затвердевшим, но еще не остывшим сплавом переносят в стакан вместимостью 200 см^3, который содержит небольшое количество горячей воды (см. табл. 1), и накрывают стакан часовым стеклом. После выщелачивания сплава тигель вынимают щипцами и обмывают над стаканом горячей водой. Если раствор окрашен в зеленый цвет (соединения марганца), то прибавляют несколько капель перекиси водорода (лучше этанола) и кипятят до обесцвечивания.

Таблица 1

Марка концентрата	Масса навески концентрата, г	Объем воды для выщелачивания сплава, см^3	Объем разбавления раствора, см^3	Объем аликвотной части раствора, см3	Толщина колориметрируемого слоя раствора, мм
КВГ(В)	1	50	100	10,0	50
КВГ-1	1	50	100	10,0	50
КВГ-2	0,5	50	100	5,0	50
КВГ-3	0,5	50	100	5,0	50
КШ-1	0,5	50	100	5,0	10
КШ-2	1	50	100	10,0	50
КШ-3	1	50	100	10,0	50
КШ-4	1	50	100	10,0	50
КМШ-1	0,25	50	100	2,0	10
КМШ-2	0,25	50	100	2,0	10
КМШ-3	0,25	50	100	2,0	10
КВГ(Т)	1	50	100	10,0	50
КВГ(К)-В	1	30	50	10,0	50
КВГ(К)-1	1	30	50	10,0	50
КШ(Т)	1	50	100	10,0	50

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Раствор охлаждают и вместе с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 50—100 см^3 (см. табл. 1), доливают до метки водой и тщательно перемешивают. Фильтруют через сухой фильтр с синей лентой в сухую колбу, первые порции фильтрата отбрасывают.

3.3. От фильтрата отбирают аликвотную часть раствора (см. табл. 1) в мерную колбу вместимостью 50 см^3, прибавляют 15 см^3 винной кислоты, 7 см^3 соляной кислоты (или 9 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1), 1 см^3 раствора сернокислой меди, 5 см^3 раствора тиомочевины (после прибавления каждого реактива раствор тщательно перемешивают) и оставляют на 5 мин, затем прибавляют 2 см^3 раствора роданистого аммония, доливают водой до объема 50 см^3 и снова перемешивают.

3.4. Через 10 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 453 нм в кювете с необходимой толщиной колориметрируемого слоя (см. табл. 1).

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

По величине оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание молибдена по градуировочному графику.

3.5. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см^3 отмеривают при помощи микробюретки 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см^3 раствора Б (для кюветы с

толщиной колориметрируемого слоя 50 мм) и 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см^3 раствора А (для кюветы с толщиной колориметрируемого слоя 10 мм). В каждую колбу приливают все реактивы в количестве и последовательности, указанных в п. 3.3, и через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов, как указано в п. 3.4.

По полученным средним значениям оптической плотности и известным содержаниям молибдена строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса молибдена, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемого (разбавления) раствора, см^3;

m — масса навески концентрата, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

4.2. Максимальные расхождения между результатами параллельных определений и двумя результатами анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_{сх}$) и воспроизводимости ($d_{вс}$), приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля молибдена, %	Допускаемое расхождение, абс. %	
	$d_{сх}$	$d_{вс}$
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,004
Св. 0,010 » 0,025 »	0,004	0,005
» 0,025 » 0,050 »	0,006	0,007
» 0,05 » 0,10 »	0,01	0,02
» 0,10 » 0,25 »	0,02	0,03
» 0,25 » 0,50 »	0,03	0,05
» 0,50 » 1,00 »	0,05	0,07
» 1,00 » 2,50 »	0,10	0,15
» 2,5 » 5,0 »	0,2	0,3

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   М.Ф. Мумджи (руководитель темы), **З.С. Септар, И.В. Мартынова, С.А. Балахнина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.10.78 № 2769**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 11892—66**

4. **Стандарт полностью унифицирован с УСТ 1893—77**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 213—83	Вводная часть	ГОСТ 5817—77	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1	ГОСТ 5962—67	2.1
ГОСТ 3765—78	2.1	ГОСТ 6344—73	2.1
ГОСТ 4165—78	2.1	ГОСТ 10929—76	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1	ГОСТ 11884.15—82	1.2; 1.3
ГОСТ 4328—77	2.1	ГОСТ 27067—86	2.1
ГОСТ 4461—77	2.1	ГОСТ 27329—87	1.1

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июль 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1983 г., декабре 1989 г. (ИУС 3—84, 4—90)**

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 03.08.99. Подписано в печать 09.09.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,48.
Тираж 118 экз. С3623. Зак. 754.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru