УДК 622.346.2-15:546.87.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МОЛИБДЕНОВЫЕ

Метод определения висмута

Molibdenum concentrates.
Method for the determination
of bismuth content

ГОСТ 2082.14—81

Взамен
ГОСТ 2082.14—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 висмута (при содержании от 0,001 до 0,5 %).

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения висмута с йодидом калия.

Висмут от мешающих компонентов отделяют аммиаком совместно с гидроокисью железа. Для восстановления железа применяют тиомочевину.

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, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1, 1:9.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, свежеприготовленный раствор 50 г/дм^3.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, свежеприготовленный раствор 200 г/дм^3.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор 10 г/дм³.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, свежеприготовленный раствор 5 г/дм³.

Висмут металлический, не ниже марки Ви00 по ГОСТ 10928—75.

Стандартные растворы висмута:

раствор А; готовят следующим образом: 0,100 г висмута помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты и нагревают. Затем приливают 10 см³ серной кислоты и продолжают нагревание раствора до появления густых паров кислоты. Содержимое колбы охлаждают, приливают 40 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты и раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Раствор охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор устойчив в течение года.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг висмута;

раствор Б; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 10 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ разбавленной соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг висмута.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 1 г помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 15—20 см³ азотной кислоты и нагревают до прекращения выделения окислов азота. Далее приливают 5—10 см³ соляной кислоты и нагревание продолжают до разложения пробы. Затем приливают 30—40 см³ воды, нагревают до кипения, приливают 2 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты и раствор оставляют на 2—3 ч. Нерастворимый остаток отфильтровывают на плотный фильтр, собирая фильтрат в коническую колбу вместимостью 250 см³ и промывают 6—8 раз водой, подкисленной серной кислотой. Фильтрат должен содержать не менее 10 мг железа, в противном случае его вводят перед осаждением гидроокисей. Раствор нагревают до 60—70 °С, прибавляют раствор аммиака до выпадения гидроокисей и оставляют на 10—15 мин для коагуляции осадка. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 5—6 раз горячей водой, содержащей несколько капель аммиака, и смывают с неразвернутого фильтра небольшим количеством воды обратно в колбу, в которой проводилось осаждение. К раствору в колбе приливают 5 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоты и снова приливают аммиак до выпадения гидроокисей. Осадок отфильтровывают на тот же фильтр, промывают, как ука-

зано выше, и растворяют на фильтре горячей разбавленной 1:9 соляной кислотой. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 50—100 см³, доливают до метки соляной кислотой той же концентрации и перемешивают. В мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают аликвотную часть раствора, содержащую 0,03—0,1 мг висмута, приливают при перемешивании 5 см³ раствора йодистого калия, 10 см³ раствора тиомочевины, 1,5 см³ соляной кислоты и раствор испытывают на присутствие свободного йода. Для этого смешивают каплю испытуемого раствора с каплей раствора крахмала на белой фарфоровой пластине, покрытой тонким слоем парафина. В случае посинения капли прибавляют к испытуемому раствору еще несколько капель тиомочевины и повторяют испытание на присутствие свободного йода. Далее раствор в мерной колбе доводят до метки разбавленной 1:9 соляной кислотой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр 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 висмута в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в семь конических колб вместимостью по 10 см³ микробюреткой отмеривают 0,5; 1; 2; 4; 5; 10; 15 и 20 см³ стандартного раствора Б. В восьмую колбу стандартный раствор не вводят. Во все колбы приливают по 5 см³ раствора хлорного железа, доливают водой до 50 см³, нагревают до 60—70 °С, приливают аммиак до полного выделения гидроокисей и оставляют на 10—15 мин на теплой плите. Осадки отфильтровывают на фильтры средней плотности, промывают 5—6 раз горячей водой, содержащей несколько капель аммиака, и растворяют на фильтрах 10 см³ горячей разбавленной 1:1 соляной кислотой, собирая растворы в колбы, в которых проводилось осаждение. Фильтры промывают 6—7 раз горячей водой. Растворы охлаждают, переливают в мерные колбы вместимостью по 50 см³, приливают при перемешивании 5 см³ йодистого калия, по 10 см³ раствора тиомочевины, доливают до метки водой и снова перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют, как указано в п. 3.1.

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

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

V — объем испытуемого раствора в мерной колбе, см^3;

m — масса навески концентрата, г;

V_1 — объем аликвотный 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 висмута, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,001 до 0,003	0,0006
Св. 0,003 » 0,005	0,001
» 0,005 » 0,01	0,002
» 0,01 » 0,03	0,003
» 0,03 » 0,05	0,004
» 0,05 » 0,1	0,008
» 0,1 » 0,3	0,02
» 0,3 » 0,5	0,03

Изменение № 1 ГОСТ 2082.14—81 Концентраты молибденовые. Метод определения висмута

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.12.86 № 3888 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1741.

(Продолжение см. с. 62)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.14—81)

Раздел 2. Четырнадцатый абзац после слова «разбавленной» дополнить значением: (1:1).

(ИУС № 3 1987 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 2082.14—81 Концентраты молибденовые. Метод определения висмута

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 «при массовой доле».

Раздел 2. Заменить ссылку: ГОСТ 10928—75 на ГОСТ 10928—90.

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова: «содержащую 0,03—0,1 мг висмута» на «содержащую 0,01—0,1 мг висмута».

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 табл. 2.

(Продолжение см. с. 28)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.14—81)

Таблица 2

Массовая доля висмута, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ($d_{ск}$)	анализов (D)
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0006	0,001
Св. 0,0030 » 0,005 »	0,001	0,002
» 0,005 » 0,010 »	0,002	0,003
» 0,010 » 0,030 »	0,003	0,005
» 0,030 » 0,050 »	0,004	0,006
» 0,050 » 0,100 »	0,008	0,010
» 0,10 » 0,30 »	0,02	0,03
» 0,30 » 0,50 »	0,03	0,04

(ИУС № 1 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru