

Группа А39

Изменение № 2 ГОСТ 11884.1—78 Концентрат вольфрамовый. Метод определения содержания вольфрамового ангидрида

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14.05.87 № 1592

Дата введения 01.11.87

Наименование. Исключить слово: «содержания», «content»;
заменить слово: «метод» на «методы», «methods».

(Продолжение см. с. 44)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11884.1—78)

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовые концентраты всех марок, предусмотренных ГОСТ 213—83, и устанавливает фотоколориметрический метод определения вольфрамового ангидрида при массовой доле его от 20 до 50 % и весовой метод при массовой доле от 50 % и выше»;

второй абзац исключить;

дополнить абзацем: «При возникновении разногласий при определении вольфрамового ангидрида в вольфрамовых концентратах анализ проводят фотоколориметрическим методом».

(Продолжение см. с. 45)

Пункт 1.2 исключить.

Раздел 1 дополнить пунктами — 1.3, 1.4: «1.3. Правильность результатов анализа проверяют при помощи стандартных образцов (ГСО) состава вольфрамового концентрата ГСО 3459—86, ГСО 3460—86, ГСО 1883—86П одновременно с каждой партией анализируемого материала, а также при замене реактивов, растворов, длительных перерывах в работе и других изменениях, влияющих на результат анализа.

1.4. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, максимальное расхождение между которыми не превышает установленных стандартом значений допускаемых расхождений при доверительной вероятности $P = 0,95$ ».

Раздел 2. Наименование изложить в новой редакции и дополнить вводной частью:

«2. ВЕСОВОЙ МЕТОД

Метод основан на выделении вольфрамовой кислоты из азотнокислого раствора и весовом определении ее в виде вольфрамового ангидрида.

Вольфрам в неразложившейся части концентрата и в фильтрате, получаемом от вольфрамовой кислоты, определяют фотоколориметрическим методом».

Пункт 2.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «А п п а р а т у р а, реактивы и растворы»;

третий абзац после слов «по ГОСТ 3760—79» дополнить словами: «и разбавленный 1:1»;

пятый абзац. Заменить значение и слово: «50 %-ный раствор» на «25 и 50 %-ные растворы»;

шестой абзац после слова «вольфрамовый» дополнить словами: «по нормативно-технической документации»;

двадцать третий абзац изложить в новой редакции: «титан треххлористый (раствор) по ГОСТ 311—78 или титан сернокислый 15 %-ный раствор. Необходимый для анализа 2,5 %-ный раствор трехвалентного титана готовят разбавлением треххлористого титана 25 %-ной кислотой соляной или разбавлением сернокислого титана серной кислотой с молярной концентрацией эквивалента 4 моль/дм³ (112 см³ серной кислоты смешивают с водой и доливают водой до объема 1000 см³)».

Пункт 3.2. Наименование изложить в новой редакции: «3.2. Р а з л о ж е н и е концентратов марки КШ-1».

Пункт 3.4. Заменить значение: 750—800 °С на 750 °С.

Пункты 3.5, 3.11. Заменить обозначение: КШ на КШ-1.

Пункт 3.5. Заменить слова: «водяной бане» на «слое асбеста при умеренном нагревании».

Пункт 3.9. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Пипеткой отбирают 2—5 см³ (для марок КШ-2, КШ-3 и КШ-4) или 5—10 см³ (для остальных марок) прозрачного фильтрата в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до объема 20 см³ 2 %-ным раствором гидроокиси натрия, приливают 2 см³ 25 %-ного (для марок КШ-2, КШ-3 и КШ-4) или 50 %-ного (для остальных марок) раствора роданистого аммония, 22 см³ соляной кислоты, разбавленной 2:1, перемешивают и охлаждают в проточной воде. Затем прибавляют 8 капель 2,5 %-ного раствора трехвалентного титана и доливают тем же раствором соляной кислоты до метки. После прибавления каждого реактива раствор перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 413 нм в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм».

Пункт 3.10. Первый абзац после слов «приливают 2 см³» дополнить словами: «25 %-ного (для марок КШ-2, КШ-3 и КШ-4) или 50 %-ного (для остальных марок)»;

заменить ссылку: «в п. 3.8» на «в п. 3.9».

Пункт 3.11. Первый абзац после слов «и через 5 мин 2 см³» дополнить значением: «50 %-ного».

(Продолжение см. с. 46)

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.13—3.16:

«3.13. Разложение концентратов марок: КШ-2, КШ-3 и КШ-4

3.13.1. Навеску концентрата массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250—400 см³, смачивают 5 см³ воды. Поворачивая стакан, распределяют навеску тонким слоем по дну. Приливают 50—60 см³ соляной кислоты, помещают на горячую плиту и при интенсивном помешивании нагревают до кипения и далее до обильного выделения вольфрамовой кислоты и уменьшения объема раствора до 10—15 см³. Затем приливают 10 см³ азотной кислоты и выпаривают до удаления окислов азота (до объема 8—10 см³).

К остатку приливают 40 см³ 8 %-ного раствора азотнокислого аммония, доводят до кипения и охлаждают до комнатной температуры.

3.14. Раствор фильтруют через фильтр с синей лентой, в конус которого вложено небольшое количество фильтробумажной массы. Колбу и фильтр с осадком промывают 6—8 раз горячим 5 %-ным раствором азотнокислого аммония в 2 %-ной азотной кислоте.

Фильтрат сохраняют (раствор Г).

3.15. Осадок вольфрамовой кислоты на фильтре и в колбе растворяют тремя порциями не более 5—10 см³ горячего, разбавленного 1:1, раствора аммиака, собирая фильтрат в платиновую чашку вместимостью 80—100 см³ (чашку предварительно прокаливают при 750°, охлаждают и взвешивают). Нерастворимый остаток на фильтре промывают 4—5 раз горячей водой, содержащей 2—3 % аммиака (по объему).

Нерастворимый остаток сохраняют (остаток 2). Далее продолжают, как указано в п. 3.5.

3.16. Затем устанавливают содержание трехоксида вольфрама в нерастворимом остатке 2 и в фильтрате Г от вольфрамовой кислоты.

Фильтрат Г выпаривают досуха (остаток 3).

Фильтр с остатком 2 переносят в фарфоровый тигель, подсушивают на открытой плитке, затем сжигают в муфельной печи при температуре 400—500 °С, охлаждают, переносят содержимое тигля и остаток 3 в колбу, приливают 20 см³ концентрированной соляной кислоты и выпаривают досуха. После охлаждения приливают еще 10 см³ соляной кислоты и выпаривают вторично до влажных солей.

В колбу приливают 25 см³ 20 %-ного раствора гидроокиси натрия, кипятят, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр, собирая фильтрат в сухую колбу (первые порции фильтрата отбрасывают).

Далее продолжают, как указано в пп. 3.9 и 3.10».

Пункт 4.5. Заменить значение: 0,6 на 0,5.

Стандарт дополнить разделом — 5:

«5. Фотоколориметрический метод

Метод основан на измерении интенсивности окраски комплексного соединения пентавалентного вольфрама с роданидами.

5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77 и 2 %-ный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Аммоний роданистый по СТ СЭВ 222—75, 25 %-ный раствор.

Титан треххлористый (раствор) по ГОСТ 311—78, 2,5 %-ный раствор, приготовленный по п. 2.1.

Спирт этиловый (этанол) по ГОСТ 5962—67.

Натрия перекись по нормативно-технической документации.

Стандартный раствор вольфрамового ангидрида, приготовленный по п. 2.1.

5.2. Проведение анализа

5.2.1. В железный тигель (верхний диаметр 30 мм), в котором предварительно сплавлено 4 г гидроокиси натрия, помещают навеску концентрата

(Продолжение см. с. 47)

марок КВГФ-1 и КВГФ-2 массой 0,1 г, прибавляют 0,5 г перекиси натрия. Тигель ставят на край открытой печи, затем передвигают его в более горячую зону и, закрыв муфельную печь, сплавляют при 600—650 °С в течение 5—6 мин до получения однородного прозрачного плава.

Вишнево-красный плав охлаждают до затвердевания, наружную часть тигля очищают от окалины, осторожно опуская его в холодную воду так, чтобы уровень воды был на 3—4 см³ ниже верхнего края тигля. Затем помещают тигель в стакан вместимостью 200 см³, в который предварительно наливают 50—60 см³ горячей воды, накрывают часовым стеклом и ставят на теплую плиту. После выщелачивания плава тигель вынимают щипцами и обмывают над стаканом горячей водой. Если раствор окрашен в зеленый цвет, прибавляют несколько капель этанола и кипятят до обесцвечивания.

Раствор охлаждают и вместе с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр (синяя лента) в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата. Пипеткой отбирают 2,5 см³ прозрачного раствора (аликвотную часть) в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют до объема 20 см³ 2 %-ного раствора гидроокиси натрия, приливают 2,5 см³ раствора роданистого аммония, 22,5 см³ соляной кислоты, перемешивают, охлаждают в проточной воде. Затем приливают 8—9 капель свежеприготовленного раствора треххлористого титана, доливают до метки водой. После прибавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 400—420 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

(Продолжение см. с. 48)

По оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание вольфрамового ангидрида по градуировочному графику.

5.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см³ отмеряют пипеткой 2, 4, 6, 8, 9 и 10 см³ стандартного раствора вольфрамового ангидрида, доливают до объема 20 см³ 2 %-ным раствором гидроксида натрия, приливают 2,5 см³ раствора роданистого аммония, 22,5 см³ соляной кислоты, перемешивают, охлаждают и далее анализ проводят, как указано в п. 5.2.1.

По полученным средним значениям оптической плотности растворов и известным содержаниям вольфрамового ангидрида строят градуировочный график.

5.2.3. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса вольфрамового ангидрида, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески концентрата, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграмм.

5.2.4. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать 0,5 абс. %».

(ИУС № 8 1987 г.)