

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 молибденокислый по ГОСТ 3765—78.

Аммоний роданистый по СТ СЭВ 222—75, раствор 250 г/дм³.

Натрия гидроокись (натр едкий) по ГОСТ 4328—77, раствор 200 г/дм³.

Натрий сернистый (сульфид натрия) по ГОСТ 2053—77.

Натрия перекись.

Спирт этиловый (гидролизный) ректифицированный.

Титан треххлористый (раствор) по ГОСТ 311—78.

Ангидрид вольфрамовый:

раствор А; готовят следующим образом: 0,500 г вольфрамового ангидрида, прокаленного при 750—800 °C, 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 гигель, прибавляют 3 г перекиси натрия, перемешивают железной проволочкой, добавляют еще 2 г перекиси натрия и помещают в муфельную печь, нагретую до 450—500 °C. Затем температуру печи повышают до 750—800 °C, 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, сконденсировавшийся 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

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

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 приставить 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 треххлористого» 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)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.10—82)

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 мас-
совой доле» (6 раз).

Пункт 4.2 изложить в новой редакции. «4.2. Разность результатов двух
параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной ве-
роятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютных допускаемых расхожде-
ний сходимости (d_{cx}) и воспроизводимости (D), приведенных в таблице.

(Продолжение см. с. 26)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.10—82)

| Массовая доля вольфрамового ангидрида, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % | |
|------------------------------------------|----------------------------------------------|------------------|
| | параллельных определений ($d_{\text{сх}}$) | 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.)