

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

90.07.92
1981-87

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 тигель, 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, 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 аликовитные 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 аликовитные 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

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

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

V, V₁ — объемы испытуемого раствора в мерных колбах, см³;

m — масса навески концентрата, г;

V₂ — объем аликовой части испытуемого раствора, взятый для осаждения молибдена, см³;

V₃ — объем аликовой 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

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 969—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 цианик водой».

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова: «раствор кипятят 1—2 мин» на «раствор кипятят 5—10 мин, добавляют 0,05 г нафсернокислого 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 01.06.92

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_{cr}) и воспроизводимости (D), приведенных в таблице.

(Продолжение см. с. 26)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.10-82)

Массовая доля зольного фракционного ангидрида, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений (d_{ex})	анализов (D)
От 0,10 до 0,20 включ.	0,03	0,04
Сл. 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.)