

КОНЦЕНТРАТЫ МОЛИБДЕНОВЫЕ

Метод определения сурьмы

Molibdenum concentrates.
Method for the determination
of stibium contentГОСТ
2082.11-81Взамен
ГОСТ 2082.11-74

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 *до 01.07.92*
1403-87

Настоящий стандарт распространяется на молибденовые концентраты и устанавливает фотоколориметрический метод определения сурьмы (при содержании от 0,005 до 0,03 %).

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения аниона пентавалентной сурьмы с кристаллическим фиолетовым, экстрагируемого толуолом.

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 и разбавленная 1:1, 1:9, 3:97.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, раствор 10 г/дм³.

Кристаллический фиолетовый, раствор 2 г/дм³.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, свежеприготовленный раствор 100 г/дм³.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, насыщенный раствор: готовят следующим образом: 50 г мочевины помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 50 см³ воды и нагревают до растворения. Раствор фильтруют.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—78, раствор 100 г/дм³; готовят следующим образом: 10 г соли помещают в стакан и растворяют при нагревании в 100 см³ соляной кислоты.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Церий сернокислый (окисный), раствор; готовят следующим образом: 4 г водной или 3,3 г безводной соли помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 40—50 см³ разбавленной 3:97 серной кислоты. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки той же кислотой и перемешивают.

Сурьма не ниже марки Су00 по ГОСТ 1089—73.

Стандартные растворы сурьмы:

раствор А; готовят следующим образом: 0,100 г тонкоизмельченной сурьмы помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ серной кислоты и нагревают до полного растворения сурьмы. Раствор охлаждают, осторожно приливают воду до объема 150 см³, снова охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки разбавленной 1:9 серной кислотой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг сурьмы;

раствор Б; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 10 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки разбавленной 1:9 серной кислотой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг сурьмы.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 1 г помещают в колбу вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ азотной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают до полного удаления окислов азота. Часовое стекло снимают, обмывают над колбой водой и раствор выпаривают до 5—7 см³. Раствор охлаждают, приливают 15 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты и выпаривают до появления густых паров серной кислоты. Затем для сжигания органических веществ осторожно, по каплям приливают азотную кислоту до обесцвечивания раствора. Содержимое колбы охлаждают, стенки колбы обмывают водой и выпаривают раствор до влажных солей. Остаток охлаждают, приливают 30 см³ соляной кислоты, нагревают до начала кипения и оставляют на 5—10 мин на теплой плите. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³ доливают до метки соляной кислотой и перемешивают.

Подготовку сурьмы для экстракции можно проводить двумя способами: с сернистым церием и с двухлористым оловом.

1-й способ. Пипеткой отмеривают 10 см³ раствора в стакан вместимостью 100 см³, приливают 3 см³ воды, 10 капель раствора сернистого церия и через 1 мин по каплям раствор солянокислого гидроксилamina до обесцвечивания раствора, 2 капли в избыток и перемешивают.

2-й способ. К аликвотной части раствора 10 см³ приливают 3 см³ воды, по каплям раствор двухлористого олова до изменения окраски раствора, через 1 мин — 1 см³ раствора азотистокислого натрия, через 5 мин — 10 см³ воды, 1 см³ раствора мочевины и перемешивают.

Раствор, подготовленный тем или другим способом, переливают в делительную воронку вместимостью 150—200 см³, доливают водой до объема 75 см³. К раствору в делительной воронке приливают при перемешивании 20 капель кристаллического фиолетового, 30 см³ отмеренной бюреткой толуола и встряхивают содержимое воронки в течение 1 мин. После расслаивания жидкостей толуоловый слой отделяют в сухой стакан, в который помещен 1 г сернистого натрия, и измеряют оптическую плотность экстракта на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 610 нм и кюветы с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

3.2. Для построения градуировочного графика в шесть стаканов вместимостью по 100 см³ микробюреткой отмеривают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см³ стандартного раствора Б. Растворы выпаривают почти досуха, охлаждают, приливают по 10 см³ соляной кислоты, нагревают до начала кипения и оставляют на 5—10 мин на теплой плите. Затем раствор охлаждают, приливают по 3 см³ воды и далее проводят испытание как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит толуол.

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

V — объем испытуемого раствора в мерной колбе, см³;

m — масса навески концентрата, г;

V_1 — 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 сурьмы, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,005 до 0,01	0,001
Св. 0,01 > 0,02	0,002
> 0,02 > 0,05	0,004

Изменение № 1 ГОСТ 2082.11—81 Концентраты молибденовые. Метод определения сурьмы

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.12.86 № 3887 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1741.
Раздел 2. Заменить ссылку: ГОСТ 1089—73 на ГОСТ 1089—82.

(ИВС № 3 1987 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 2082.11—81 Концентраты молибденовые. Метод определения сурьмы

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 0,005 до 0,03 %» на «при массовой доле от 0,005 до 0,05 %».

Раздел 2. Девятый абзац. Заменить слово: «Мочевина» на «Карбамид (мочевина)»;

заменить ссылку: ГОСТ 36—78 на ТУ 6—09—5384—88.

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 значений абсолютных допускаемых

(Продолжение см. с. 26)

расхождений сходимости ($d_{сх}$) и воспроизводимости (D), приведенных в таблице.

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютно допустимое расхождение, %	
	параллельных определений ($d_{сх}$)	анализов (D)
От 0,005 до 0,010 включ.	0,001	0,002
Св. 0,010 > 0,020 >	0,002	0,003
> 0,020 > 0,050 >	0,004	0,006

(ИУС № 1 1992 г.)