

КОНЦЕНТРАТЫ МОЛИБДЕНОВЫЕ

Метод определения олова

Molibdenum concentrates.
Method for the determination
of tin content

ГОСТ
2082.6—81

Взамен
ГОСТ 2082.6—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 закон

Настоящий стандарт распространяется на молибденовые концентраты и устанавливает фотоколориметрический метод определения олова (при содержании от 0,005 до 0,1 %).

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения олова с фенолфлуороном после предварительного осаждения олова тиоацетамидом на коллекторе — сульфиде ртути.

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 соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:4.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:100, 1:1.

Кислота винная (виннокаменная кислота) по ГОСТ 5817—77, раствор 500 г/дм³.

Кислота аскорбиновая по ГОСТ 4815—76.

Царская водка (3 части соляной кислоты, 1 часть азотной кислоты).

Ртуть азотнокислая закисная по ГОСТ 4521—78, раствор 10 г/дм³.

Танин, свежеприготовленный, 1 %-ный раствор в разбавленной 5:95 уксусной кислоте.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Тиоацетамид, 2 %-ный раствор; готовят следующим образом: 2 г тиоацетамида растворяют в небольшом количестве воды и доливают до 100 см³ водой.

Буферный раствор; готовят следующим образом: 20 г уксуснокислого натрия растворяют в 70 см³ воды, приливают 70 см³ 98 %-ной уксусной кислоты и разбавляют до 200 см³.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, 1 %-ный спиртовой раствор.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, свежеприготовленный раствор 5 г/дм³; готовят следующим образом: 0,5 г желатина помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 40—50 см³ горячей воды и перемешивают стеклянной палочкой до растворения. Раствор охлаждают, разбавляют до 100 см³ водой и перемешивают.

Фенилфлуорон, 0,03 %-ный спиртовой раствор; готовят следующим образом: 0,03 г фенилфлуорона помещают в стакан вместимостью 150 см³, приливают 50 см³ этилового спирта, 1 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают до полного растворения. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают спиртом до 100 см³ и перемешивают.

Спирт этиловый (этанол) по ГОСТ 5962—67.

Олово не ниже марки ОГ по ГОСТ 860—75.

Стандартные растворы олова:

раствор А; готовят следующим образом: 0,100 г олова, помещают в стакан вместимостью 100—150 см³, приливают 10 см³ серной кислоты и нагревают до растворения. Раствор охлаждают, доливают до 50—70 см³ разбавленной 1:9 серной кислотой, перемешивают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки серной кислотой той же концентрации и снова перемешивают. Раствор устойчив длительное время.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг олова;

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

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг олова.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты, нагревают до удаления окислов азота, затем приливают 15 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 20 см³ 25 %-ного раствора аммиака, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают в течение 2—3 мин. Раствор разбавляют водой до 150 см³, приливают 10 см³ раствора винной кислоты, 2 см³ 1 %-ного раствора азотнокислой закисной ртути, нагревают до кипения, приливают разбавленной 1:1 соляной кислоты до pH 7,5—8,5. pH раствора устанавливают универсальной индикаторной бумагой. К раствору добавляют 10 см³ 2 %-ного раствора тиацетамида, нагревают до начала кипения, снова приливают 10 см³ раствора тиацетамида и оставляют в теплом месте на плите. Через 2 ч осадок отфильтровывают, тщательно отмывают от молибдена разбавленным 1:100 раствором аммиака до тех пор, пока капля промывной жидкости не перестанет давать окрашивание с каплей раствора танина, растворяют на фильтре в 30 см³ горячей разбавленной 1:1 царской водки.

Фильтр промывают 3—4 раза горячей водой и отбрасывают, а в фильтрат приливают 2 см³ концентрированной серной кислоты и осторожно выпаривают до выделения густых паров. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливая до метки водой и перемешивают. Отбирают аликвотную часть 10 см³ в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают воды до 20 см³, 1 каплю фенолфталеина, разбавленный 1:1 аммиак до появления малиновой окраски, разбавленную 1:4 серную кислоту до обесцвечивания раствора и 5 см³ в избыток. Раствор охлаждают, добавляют при помешивании 10 см³ буферной смеси, 1 см³ 0,5 %-ного раствора желатина, 2 см³ 0,03 %-ного спиртового раствора фенолфталеона и 0,03—0,04 г аскорбиновой кислоты. Раствор перемешивают, доливают водой до метки и снова перемешивают. Через 20 мин раствор фотометрируют, измеряя оптическую плотность на фотоэлектроколориметре и применяя светофильтр с максимумом светопропускания 508 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм.

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

Содержание олова в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в шесть мерных колб вместимостью по 50 см³ микробюреткой отмеривают 0,5; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б. В седьмую колбу стандартный раствор не вводят.

Во все колбы приливают воду до объема 10 см³, по одной капле фенолфталеина, аммиак до изменения окраски раствора и далее продолжают, как указано в п. 3.1.

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

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где C — количество олова, 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 олова, % | Допускаемое расхождение, % |
|------------------------|----------------------------|
| От 0,005 до 0,03 | 0,003 |
| Св. 0,03 > 0,05 | 0,004 |
| > 0,05 > 0,07 | 0,005 |
| > 0,07 > 0,1 | 0,007 |

Изменение № 1 ГОСТ 2082.6—81 Концентраты молибденовые. Метод определения олова

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.12.86 № 3886 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1741.

Раздел 2 ~~Восьмой абзац~~, Исключить слова: «по ГОСТ 4815—76»; дополнить абзацем (после восьмого): «гипофосфит натрия по ГОСТ 200—76, или гипофосфит кальция по ГОСТ 11678—75»;

(Продолжение см. с. 58)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.6—81)

одиннадцатый, пятнадцатый абзацы. Исключить слово: «1 %-ный»; после слова «раствор» дополнить значением: 10 г/дм³;

тринадцатый абзац изложить в новой редакции: «Тиацетамидраствор 20 г/дм³, готовят следующим образом: 2 г тиацетамида растворяют в небольшом количестве воды и доливают затем до 100 см³ водой или натрий сернистый по ГОСТ 2053—77, раствор 30 г/дм³»;

семнадцатый абзац. Исключить слово. «0,03 %-ный, после слова «раствор» дополнить значением: 0,3 г/дм³;

(Продолжение см. с. 59)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.6—81)

восемнадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 5962—77,
Раздел 3. По всему тексту после слова «ацетамида» дополнить словами:
«или 10 см³ натрия сернистого».

Пункт 3.1. Первый абзац. Исключить слова: 25 %-ного, 1 %-ного, 2 %-ного,

(Продолжение см. с. 60)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.6—81)

второй абзац. Исключить слова: 0,5 %-ного, «0,03 %-ного спиртового»; после слов «аскорбиновой кислоты» дополнить словами: «или по 0,03—0,04 г гипофосфита натрия или гипофосфита кальция».

(ИУС № 3 1987 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 2082.6—81 Концентраты молибденовые. Методы определения олова

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 «мас-
совой доле».

Раздел 2. Заменить ссылки: ГОСТ 11678—75 на ТУ 6—09—6278—86,
ГОСТ 5850—72 на ТУ 6—09—5360—87, ГОСТ 11293—78 на ГОСТ 11293—89.

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Разность результатов двух
параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной ве-

(Продолжение см. с. 22)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.6—81)

роятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_{сх}$) и воспроизводимости (D), приведенных в таблице.

| Массовая доля олова, % | Абсолютное допускаемое расхождение, % | |
|--------------------------|---------------------------------------|------------------|
| | параллельных определений ($d_{сх}$) | анализов (D) |
| От 0,005 до 0,030 включ. | 0,003 | 0,005 |
| Св. 0,030 > 0,050 > | 0,004 | 0,005 |
| > 0,050 > 0,070 > | 0,005 | 0,007 |
| > 0,070 > 0,100 > | 0,007 | 0,010 |

(ИУС № 1 1992 г.)