

НИФТР И СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

ГОСТ 11884.9—78

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОЛИБДЕНА

Издание официальное

Б3 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

Метод определения молибдена

ГОСТ

11884.9-78

Tungsten concentrate.
Method of determination of molybdenum

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовые концентраты всех марок, предусмотренных ГОСТ 213, и устанавливает фотоколориметрический метод определения молибдена при массовой доле от 0,005 до 5 %.

Метод основан на образовании комплексного соединения пятивалентного молибдена с роданид-ионом и фотоколориметрировании окрашенного раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329.
- 1.2. Требования безопасности — по ГОСТ 11884.15.
- 1.3. Контроль правильности результатов анализа — по ГОСТ 11884.15.
- 1.4. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

Разд. 1. (Измененная редакция, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

- 2.1. Для проведения анализа применяют:
фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М или типа КФК-2-УХЛ 4.2;
кислоту соляную по ГОСТ 3118;
кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную 1:1;
кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1, 7:93 и с массовой долей 10 %;
кислоту винную (виннокаменную) по ГОСТ 5817, раствор с массовой долей 60 %;
натрия гидроокись по ГОСТ 4328;
натрия перекись;
водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929;
спирт этиловый (этанол) по ГОСТ 5962;
медь сернокислую по ГОСТ 4165, раствор с массовой долей 2 %, подкисленный несколькими каплями серной кислоты (в 1 см³ раствора содержится около 3 мг меди);
аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей 50 %;
тиомочевину по ГОСТ 6344, водный раствор с массовой долей 10 %;
молибдат аммония по ГОСТ 3765;
трехокись молибдена;
стандартные растворы молибдена:
раствор А, приготовленный одним из следующих способов:
1) растворяют 1,840 г молибдата аммония в небольшом количестве горячей воды. После охлаждения переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой и перемешивают.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

С. 2 ГОСТ 11884.9—78

2) растворяют 0,1500 г трехокиси молибдена в нескольких миллилитрах 10 %-ного раствора едкого натра в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доводят до метки разбавленной 7:93 серной кислотой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг молибдена;

раствор Б, приготовленный следующим образом: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки 10 %-ным раствором серной кислоты и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг молибдена.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В железный тигель (верхний диаметр 30 мм) помещают навеску концентрата массой в соответствии с табл. 1, прибавляют 3 г перекиси натрия, перемешивают проволокой и добавляют 4 г гидроокиси натрия. Нагревают тигель в муфельной печи сначала осторожно до расплавления щелочи, затем передвигают в более горячую зону и сплавляют при 600—650 °C в течение 10—15 мин до получения однородного прозрачного сплава. Тигель с затвердевшим, но еще не остывшим сплавом переносят в стакан вместимостью 200 см³, который содержит небольшое количество горячей воды (см. табл. 1), и накрывают стакан часовым стеклом. После выщелачивания сплава тигель вынимают щипцами и обмывают над стаканом горячей водой. Если раствор окрашен в зеленый цвет (соединения марганца), то прибавляют несколько капель перекиси водорода (лучше этанола) и кипятят до обесцвечивания.

Таблица 1

Марка концентрата	Масса навески концентрата, г	Объем воды для выщелачивания сплава, см ³	Объем разбавления раствора, см ³	Объем аликовой части раствора, см ³	Толщина колориметрируемого слоя раствора, мм
КВГ(В)	1	50	100	10,0	50
КВГ-1	1	50	100	10,0	50
КВГ-2	0,5	50	100	5,0	50
КВГ-3	0,5	50	100	5,0	50
КШ-1	0,5	50	100	5,0	10
КШ-2	1	50	100	10,0	50
КШ-3	1	50	100	10,0	50
КШ-4	1	50	100	10,0	50
КМШ-1	0,25	50	100	2,0	10
КМШ-2	0,25	50	100	2,0	10
КМШ-3	0,25	50	100	2,0	10
КВГ(Т)	1	50	100	10,0	50
КВГ(К)-В	1	30	50	10,0	50
КВГ(К)-1	1	30	50	10,0	50
КШ(Т)	1	50	100	10,0	50

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Раствор охлаждают и вместе с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 50—100 см³ (см. табл. 1), доливают до метки водой и тщательно перемешивают. Фильтруют через сухой фильтр с синей лентой в сухую колбу, первые порции фильтрата отбрасывают.

3.3. От фильтрата отбирают аликовую часть раствора (см. табл. 1) в мерную колбу вместимостью 50 см³, прибавляют 15 см³ винной кислоты, 7 см³ соляной кислоты (или 9 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1), 1 см³ раствора сернокислой меди, 5 см³ раствора тиомочевины (после прибавления каждого реагента раствор тщательно перемешивают) и оставляют на 5 мин, затем прибавляют 2 см³ раствора роданистого аммония, доливают водой до объема 50 см³ и снова перемешивают.

3.4. Через 10 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 453 нм в кювете с необходимой толщиной колориметрируемого слоя (см. табл. 1).

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

По величине оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание молибдена по градуировочному графику.

3.5. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см³ отмеривают при помощи микробюretки 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ раствора Б (для кюветы с