

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

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОЛЬФРАМОВОГО АНГИДРИДА

Издание официальное

Б3 1-99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
М о с к в а

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

**Методы определения
вольфрамового ангидрида**

**ГОСТ
11884.1—78**

Tungsten concentrate. Methods of determination
of tungsten anhydride

ОКСТУ 1709

Дата введения **01.07.80**

Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовые концентраты всех марок, предусмотренных ГОСТ 213, и устанавливает фотоколориметрический метод определения вольфрамового ангидрида при массовой доле его от 20 до 50 % и весовой метод при массовой доле от 50 % и выше.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 1.1. Общие требования к методам 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 результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

Разд. 1. (Измененная редакция, Изм. № 3).

2. ВЕСОВОЙ МЕТОД

Метод основан на выделении вольфрамовой кислоты из азотнокислого раствора и весовом определении ее в виде вольфрамового ангидрида.

Вольфрам в неразложившейся части концентрата и в фильтрате, получаемом от вольфрамовой кислоты, определяют фотоколориметрическим методом.

2.1. А п а р а т у р а, р е а к т и в ы и р а с т в о р ы
Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М или КФК-2-УХЛ 4.2.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867 и растворы с массовой долей 8 и 5 % (по объему) в растворе азотной кислоты с массовой долей 2 %.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, растворы с массовой долей 25 и 50 %.

Ангидрид вольфрамовый.

Калий и натрий углекислые безводные по ГОСТ 4332.

Квасцы железо-аммонийные, раствор с массовой долей 9 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор с массовой долей 60 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1, 1:2 и 7 %-ный (по объему) раствор.

C. 2 ГОСТ 11884.1—78

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 2:1 и раствор с массовой долей 25 %.

Кислота плавиковая (фтористоводородная) по ГОСТ 10484, раствор с массовой долей 40 %.

Крезоловый красный по НТД, водный раствор с массовой долей 0,1 %.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, раствор с массовой долей 2 %, подкисленный несколькими каплями серной кислоты.

Молибден высокой чистоты.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы с массовой долей 20 и 2 %.

Ртуть азотнокислая закисная по ГОСТ 4521, раствор с массовой долей 2 % в растворе азотной кислоты с массовой долей 2 % (по объему).

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор с массовой долей 10 %.

Цинк гранулированный.

Спирт этиловый (этанол) по ГОСТ 5962.

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 10 мин, время от времени взбалтывая содержимое стакана; затем раствор сливают и промывают цинк водой.

Титан треххлористый (раствор) или титан сернокислый, раствор с массовой долей 15 %. Необходимый для анализа раствор трехвалентного титана с массовой долей 2,5 % (по объему) готовят разбавлением треххлористого титана раствором соляной кислоты с массовой долей 25 % или разбавлением сернокислого титана раствором серной кислоты молярной концентрации эквивалента 4 моль/дм³ (112 см³ серной кислоты смешивают с водой и доливают водой до объема 1 дм³).

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 треххлористого или сернокислого титана с массовой долей 2,5 % и после того, как раствор приобретет чисто фиолетовый цвет, употребляют в качестве восстановителя (раствором можно пользоваться в течение рабочего дня).

Стандартный раствор вольфрамового ангидрида, приготовленный следующим образом: 0,1 г вольфрамового ангидрида, прокаленного в муфельной печи при 600—700 °C в течение 1 ч, растворяют в 100 см³ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 20 % и доливают водой до объема 1 дм³.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг трехокиси вольфрама.

Стандартные растворы молибдена:

раствор А, приготовленный следующим образом: 0,1 г молибдена растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. К раствору приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления паров серного ангидрида. Охлаждают и обмывают стенки стакана 5—6 см³ воды и повторяют выпаривание. Затем приливают 180—200 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 7 % (по объему), переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают тем же раствором серной кислоты до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг молибдена;

раствор Б, приготовленный следующим образом: раствор А, разбавленный в 10 раз раствором серной кислоты с массовой долей 7 %.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг молибдена.

Разд. 2. (Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Р а з л о ж е н и е в ольфрамовых концентратов в с е х марок

3.1.1. Навеску концентрата массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 120—130 см³ соляной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают на кипящей водяной бане или слое асбеста в течение 2 ч, периодически помешивая содержимое стакана. Затем стекло снимают, обмывают его водой над стаканом и выпаривают раствор до объема 15—20 см³, приливают 15—20 см³ азотной кислоты и снова выпаривают раствор до получения влажного остатка. Выпаривание повторяют еще два раза (до объема 1,5—2 см³), приливая каждый раз по 10 см³ азотной кислоты. К остатку приливают 50 см³ горячей азотной кислоты, разбавленной 1:1, и прибавляют 2 г азотнокислого аммония, нагревают раствор до кипения и охлаждают до комнатной температуры (можно оставить на ночь).

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Разложение концентратов марки КШ-1

3.2.1. Навеску концентрата массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 50—60 см³ соляной кислоты и нагревают до закипания, время от времени помешивая содержимое колбы. После выпадения осадка вольфрамовой кислоты добавляют 10—15 см³ азотной кислоты и продолжают выпаривание до удаления окислов азота (до объема 8—10 см³). К остатку прибавляют 40 см³ раствора азотнокислого аммония с массовой долей 8 %, кипятят и охлаждают раствор до комнатной температуры.

3.3. Отстоявшийся раствор сливают на плотный фильтр (синяя лента или желтая импортная лента). Осадок промывают 6—8 раз декантацией раствором азотнокислого аммония с массовой долей 5 %. Фильтрат сохраняют (раствор В).

3.2, 3.3. (Измененная редакция, Изм. № 3).

3.4. К осадку вольфрамовой кислоты в стакане (колбе) приливают 15 см³ амиака и нагревают на водяной бане. Раствор фильтруют через тот же фильтр, но фильтрат собирают в платиновую чашку вместимостью 80—100 см³ (чашку предварительно прокаливают при 750 °C, охлаждают и взвешивают). Остаток на фильтре промывают водой, содержащей 2—3 % амиака (по объему).

При анализе шеелитовых концентратов нерастворимый остаток отбрасывают, во всех остальных случаях — сохраняют (остаток 1).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5. Раствор вольфрамата аммония в платиновой чашке выпаривают на кипящей водяной бане или слое асбеста досуха, затем осторожно нагревают на плитке и прокаливают 1—2 мин в муфельной печи при 700—750 °C. Сухой остаток охлаждают, смачивают водой, прибавляют 10—12 капель азотной кислоты, 3—4 капли серной кислоты, 2—3 см³ плавиковой кислоты и оставляют на 10—12 мин. Затем выпаривают на водяной бане почти досуха, нагревают при более высокой температуре до прекращения выделения паров серного ангидрида и прокаливают в муфельной печи при температуре не выше 750 °C в течение 7—10 мин. Затем чашку с осадком охлаждают и взвешивают. Прокаливание повторяют по 3—5 мин до достижения постоянной массы.

При анализе концентратов марок КМШ-1, КМШ-2, КМШ-3, КШ-1 вольфрамовый ангидрид в платиновой чашке сохраняют для последующего определения содержания молибдена в нем.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.6. К раствору В прибавляют 10 см³ раствора железоаммонийных квасцов с массовой долей 9 % (приблизительно 100 мг железа), нагревают до 60—70 °C и нейтрализуют амиаком по крезоловому красному (интервал перехода окраски от желтой к фиолетовой при pH 7,6—8,3). Осадку гидроокиси железа дают сконденсироваться, затем отфильтровывают его на фильтр с красной лентой и промывают несколько раз горячей водой.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.7. Полученный осадок (вместе с фильтром) объединяют с остатком 1 (взятым также вместе с фильтром), помещают в железный тигель, озолят фильтры, слегка прокаливают осадки, а затем прибавляют 2 г гидроокиси натрия; осторожно нагревают тигель на краю открытой муфельной печи в течение 8—10 мин для удаления влаги. Затем тигель передвигают в более горячую зону и сплавляют при 650—700 °C в течение 12—15 мин.

3.8. Тигель с затвердевшим, но не вполне остывшим плавом щипцами переносят в стакан вместимостью 200 см³, в который предварительно наливают около 20 см³ горячей воды. Слегка подогревают стакан, пока плав полностью не разложится. Вынимают тигель щипцами и обмывают горячей водой. Если раствор окрашен в зеленый цвет (соединения марганца), то прибавляют несколько капель этилового спирта и кипятят несколько минут. Охлаждают раствор, вместе с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр, собирая фильтрат в сухую колбу (первые порции фильтрата отбрасывают).

3.9. Пипеткой отбирают 2—5 см³ (для марок КШ-2, КШ-3 и КШ-4) или 5—10 см³ (для остальных марок) прозрачного фильтрата в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до объема 20 см³ раствором гидроокиси натрия с массовой долей 2 %, приливают 2 см³ раствора роданистого аммония с массовой долей 25 % (для марок КШ-2, КШ-3 и КШ-4) или 50 % (для остальных марок), 22 см³ соляной кислоты, разбавленной 2:1, перемешивают и охлаждают в проточной воде. Затем прибавляют 8 капель 2,5 %-ного раствора трехвалентного титана и доливают тем же раствором соляной кислоты до метки. После прибавления каждого реагента раствор перемешивают. Через 15 мин измеряют оптичес-