

КОНЦЕНТРАТЫ МОЛИБДЕНОВЫЕ**Метод определения висмута**

Molibdenum concentrates.
Method for the determination
of bismuth content

**ГОСТ
2082.14—81**

Взамен
ГОСТ 2082.14—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

Настоящий стандарт распространяется на молибденовые концентраты и устанавливает фотоколориметрический метод определения висмута (при содержании от 0,001 до 0,5 %).

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения висмута с йодидом калия.

Висмут от мешающих компонентов отделяют аммиаком совместно с гидроокисью железа. Для восстановления железа применяют тиомочевину.

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, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1, 1:9.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, свежеприготовленный раствор 50 г/дм³.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, свежеприготовленный раствор 200 г/дм³.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор 10 г/дм³.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, свежеприготовленный раствор 5 г/дм³.

Висмут металлический, не ниже марки Ви00 по ГОСТ 10928—75.

Стандартные растворы висмута:

раствор А; готовят следующим образом: 0,100 г висмута помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ азотной кислоты и нагревают. Затем приливают 10 см³ серной кислоты и продолжают нагревание раствора до появления густых паров кислоты. Содержимое колбы охлаждают, приливают 40 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты и раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Раствор охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор устойчив в течение года.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг висмута;

раствор Б; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 10 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ разбавленной соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг висмута.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 1 г помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 15—20 см³ азотной кислоты и нагревают до прекращения выделения окислов азота. Далее приливают 5—10 см³ соляной кислоты и нагревание продолжают до разложения пробы. Затем приливают 30—40 см³ воды, нагревают до кипения, приливают 2 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты и раствор оставляют на 2—3 ч. Нерастворимый остаток отфильтровывают на плотный фильтр, собирая фильтрат в коническую колбу вместимостью 250 см³ и промывают 6—8 раз водой, подкисленной серной кислотой. Фильтрат должен содержать не менее 10 мг железа, в противном случае его вводят перед осаждением гидроокисей. Раствор нагревают до 60—70 °С, прибавляют раствор аммиака до выпадения гидроокисей и оставляют на 10—15 мин для коагуляции осадка. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 5—6 раз горячей водой, содержащей несколько капель аммиака, и смывают с неразвернутого фильтра небольшим количеством воды обратно в колбу, в которой проводилось осаждение. К раствору в колбе приливают 5 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоты и снова приливают аммиак до выпадения гидроокисей. Осадок отфильтровывают на тот же фильтр, промывают, как ука-

зано выше, и растворяют на фильтре горячей разбавленной 1:9 соляной кислотой. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 50—100 см³, доливают до метки соляной кислотой той же концентрации и перемешивают. В мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают аликвотную часть раствора, содержащую 0,03—0,1 мг висмута, приливают при перемешивании 5 см³ раствора йодистого калия, 10 см³ раствора тиомочевины, 1,5 см³ соляной кислоты и раствор испытывают на присутствие свободного йода. Для этого смешивают каплю испытуемого раствора с каплей раствора крахмала на белой фарфоровой пластине, покрытой тонким слоем парафина. В случае посинения капли прибавляют к испытуемому раствору еще несколько капель тиомочевины и повторяют испытание на присутствие свободного йода. Далее раствор в мерной колбе доводят до метки разбавленной 1:9 соляной кислотой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр 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 висмута в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в семь конических колб вместимостью по 10 см³ микробюреткой отмеривают 0,5; 1; 2; 4; 5; 10; 15 и 20 см³ стандартного раствора Б. В восьмую колбу стандартный раствор не вводят. Во все колбы приливают по 5 см³ раствора хлорного железа, доливают водой до 50 см³, нагревают до 60—70 °С, приливают аммиак до полного выделения гидроокисей и оставляют на 10—15 мин на теплой плите. Осадки отфильтровывают на фильтры средней плотности, промывают 5—6 раз горячей водой, содержащей несколько капель аммиака, и растворяют на фильтрах 10 см³ горячей разбавленной 1:1 соляной кислотой, собирая растворы в колбы, в которых проводилось осаждение. Фильтры промывают 6—7 раз горячей водой. Растворы охлаждают, переливают в мерные колбы вместимостью по 50 см³, приливают при перемешивании 5 см³ йодистого калия, по 10 см³ раствора тиомочевины, доливают до метки водой и снова перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют, как указано в п. 3.1.

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

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где C — количество висмута, 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 висмута, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,001 до 0,003	0,0006
Св. 0,003 » 0,005	0,001
» 0,005 » 0,01	0,002
» 0,01 » 0,03	0,003
» 0,03 » 0,05	0,004
» 0,05 » 0,1	0,008
» 0,1 » 0,3	0,02
» 0,3 » 0,5	0,03

Изменение № 1 ГОСТ 2082.14—81 Концентраты молибденовые. Метод определения висмута

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.12.86 № 3888 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1741.

(Продолжение см. с. 62)

61

Раздел 2. Четырнадцатый абзац после слова «разбавленной» дополнить значением: (1:1).

(ИУС № 3 1987 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 2082.14—81 Концентраты молибденовые. Метод определения висмута

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 «при массовой доле».

Раздел 2. Заменить ссылку: ГОСТ 10928—75 на ГОСТ 10928—90.

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова: «содержащую 0,03—0,1 мг висмута» на «содержащую 0,01—0,1 мг висмута».

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 абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_{сх}$) и воспроизводимости (D), приведенных в табл. 2.

(Продолжение см. с. 28)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.14—81)

Таблица 2

Массовая доля висмута, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ($d_{сх}$)	анализов (D)
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0006	0,001
Св. 0,0030 » 0,005 »	0,001	0,002
» 0,005 » 0,010 »	0,002	0,003
» 0,010 » 0,030 »	0,003	0,005
» 0,030 » 0,050 »	0,004	0,006
» 0,050 » 0,100 »	0,008	0,010
» 0,10 » 0,30 »	0,02	0,03
» 0,30 » 0,50 »	0,03	0,04

(ИУС № 1 1992 г.)