

КОНЦЕНТРАТЫ ОЛОВЯННЫЕ
Метод определения содержания фтораTin concentrates. Method for
the determination of fluorine
content**ГОСТ**
22221.7—76Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров
СССР от 2 ноября 1976 г. № 2484 срок действия установленс 01.01. 1978 г.
до 01.01. 1983 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на оловянные концентраты всех марок и устанавливает колориметрический метод определения содержания фтора.

Метод основан на измерении ослабления окраски цирконализаринового лака в присутствии фтора. Навеску концентрата разлагают сплавлением с гидратом окиси натрия. Влияние мешающих элементов устраняют в процессе щелочного плавления навески с последующим выщелачиванием, фильтрованием и осаждением аммиаком в присутствии железа.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22221.0—76.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:
кислоту соляную по ГОСТ 3118—67 и разбавленную 1 : 1;
кислоту серную по ГОСТ 4204—66 и 2 н. раствор;
аммиак водный по ГОСТ 3760—64, разбавленный 1 : 1 и 1 : 99;
натрий гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—66 и 1%-ный раствор;
аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор концентрации 20 г/л;

железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор концентрации 200 г/л;

натрий фтористый по ГОСТ 4463—66;

цирконий азотнокислый или циркония хлорокись, раствор; готовят следующим образом: 1,84 г безводного азотнокислого циркония или 0,966 г хлорокиси циркония растворяют в 250 мл воды;

ализариновый красный, раствор; готовят следующим образом: 0,37 г ализаринового красного растворяют в 250 мл воды. Если раствор не прозрачен, его фильтруют;

цирконоализариновый лак, раствор; готовят следующим образом: отбирают 10 мл раствора азотнокислого циркония или хлорокиси циркония в мерную колбу вместимостью 200 мл, приливают 25—30 мл воды, затем медленно, при непрерывном перемешивании 10 мл раствора ализаринового красного, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор переливают в сухую колбу вместимостью 500 мл, приливают 200 мл 2 н. серной кислоты и перемешивают. Раствор пригоден к употреблению через 1 ч и устойчив в течение 1—2 сут;

стандартные растворы фтористого натрия:

раствор А; готовят следующим образом: 2,21 г дважды перекристаллизованного и высушенного при 105—110°C фтористого натрия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде. 1 мл раствора А содержит 1 мг фтора;

раствор Б; готовят в день применения разбавлением раствора А в 10 раз. 1 мл раствора Б содержит 0,1 мг фтора.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Масса навески концентрата и аликвотная часть раствора в зависимости от содержания фтора указаны в табл. 1.

Таблица 1

Содержание фтора, %	Масса навески, г	Аликвотная часть, мл
До 0,05	1	20
Св. 0,05 до 0,1	1	10
• 0,1 • 0,2	1	5
• 0,2 • 0,4	0,5	5
• 0,4 • 1	0,5	2
• 1 • 1,5	0,3	2

3.2. Навеску помещают в железный или никелевый тигель и сплавляют в муфеле с 6—8-кратным количеством едкого натра при температуре красного каления до однородного плава. Плав охлаждают, помещают в стакан вместимостью 300—400 мл и выщелачивают в 60 мл горячей воды. Остаток отфильтровывают на плотный фильтр (синяя лента) и промывают раствором едкого натра. К раствору приливают разбавленную 1 : 1 соляную кислоту до отчетливо кислой реакции по лакмусу. Далее к раствору приливают 2 мл раствора хлорного железа, затем разбавленный 1 : 1 аммиак до появления запаха, нагревают до кипения и оставляют на теплой плите до полной коагуляции осадка. Осадок отфильтровывают, промывают 5—6 раз горячим раствором хлористого аммония и фильтрат кипятят до удаления аммиака по запаху. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 200 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

В колориметрическую пробирку отбирают аликвотную часть раствора, указанную в табл. 1, приливают воды до объема 45 мл, затем точно отмеренные 4 мл цирконализаринового лака и перемешивают. Через 3—4 ч сравнивают окраску со шкалой стандартных растворов (для проверки рекомендуется оставлять растворы до другого дня). Если цвет раствора желтый, берут меньшую аликвотную часть раствора, если розовый — аликвотную часть увеличивают.

3.3. Для приготовления шкалы стандартных растворов в колориметрические пробирки отмеривают микробюреткой 0; 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,25; 0,3; 0,35; 0,4; 0,45 и 0,5 мл стандартного раствора Б и аликвотную часть раствора контрольного опыта, равную аликвотной части анализируемого раствора. Затем приливают воды до объема раствора 45 мл, 4 мл цирконализаринового лака, перемешивают и через 3—4 ч используют для сравнения с анализируемым раствором.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТА

4.1. Содержание фтора (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса фтора, найденная при сравнении со шкалой стандартных растворов, г;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать значений величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Содержание фтора, %	Допускаемое расхождение, %
До 0,01	0,003
Св. 0,01 . 0,03	0,005
. 0,03 . 0,05	0,01
. 0,05 . 0,1	0,02
. 0,1 . 0,2	0,03
. 0,2 . 0,5	0,05
. 0,5 . 1	0,07
. 1 . 1,5	0,13

Изменение № 1 ГОСТ 22221.7—76 Концентраты оловянные. Метод определения содержания фтора

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.12.82 № 4906 срок введения установлен

с 01.04.83

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мг на см³.
Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 22221.0—76 на СТ СЭВ 314—76.

(Продолжение изменения к ГОСТ 22221.7—76)

Раздел 1 дополнить пунктами — 1.2, 1.3: «1.2. Требования безопасности — по нормативно-технической документации, утвержденной в установленном порядке.

1.3. Допускается применение других методов, не уступающих по точности указанным в стандарте.

При разногласиях в оценке качества химический состав оловянных концентратов должен определяться по методу, установленному стандартом».

(Продолжение изменения к ГОСТ 22221.7—76)

Пункт 2.1. Заменить ссылки: ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 4204—66 на ГОСТ 4204—77, ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79, ГОСТ 4328—66 на ГОСТ 4328—77, ГОСТ 4463—66 на ГОСТ 4463—76.

(Продолжение изменения к ГОСТ 22221.7—76)

Стандарт дополнить разделом — 2а:

«2а. Подготовка к анализу

2а.1. Подготовка к анализу — по ГОСТ 22221.1—76».

(ИУС № 3 1983 г.)

Наименование стандарта и по всему тексту заменить слово: «содержание» на «массовая доля».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1722.

По всему тексту стандарта заменить единицу и слова: л на дм^3 , «стандартный раствор» на «раствор для построения градуировочного графика».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: СТ СЭВ 314—76 на ГОСТ 27329—87.

Раздел 1 дополнить пунктами: 1.4—1.6: «1.4. Правильность результатов анализа контролируют с использованием государственных стандартных образцов (ГСО) оловянных концентратов или методом добавок одновременно с анализом материала каждой партии.

1.5. Для метода стандартных образцов результат анализа считается правильным, если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами определения при анализе стандартных образцов попадает в границы интервала

допустимых значений, приведенных в конкретном стандарте на метод анализа или методике, аттестованной по ГОСТ 8.010—72 и ГОСТ 8.505—84.

1.6. Для метода добавок должно выполняться неравенство

$$[(\bar{X}_D - \bar{X}) - X_D] < 0,5 \sqrt{d_1^2 - d_2^2};$$

где \bar{X} — среднее значение результата анализа пробы без добавки;

\bar{X}_D — среднее значение результата анализа пробы с добавкой;

X_D — массовая доля элемента, внесенная в пробу с добавкой;

d_1 — допустимое расхождение для результата анализа пробы с добавкой;

d_2 — допустимое расхождение для результата анализа пробы без добавки.

Добавка должна в 2—3 раза превышать значение нижнего предела содержания определяемого элемента».

Пункт 2.1 Третий абзац. Заменить слова: «2 н. раствор» на «раствор 1 моль/ дм^3 »;

пятый абзац. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «раствор массовой доли 1 %»;

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «2 н. серной кислоты» на «раствора 1 моль/ дм^3 серной кислоты».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: (кроме табл. 2): «4.2. Абсолютные допустимые расхождения результатов трех определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2».