

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 ОЛОВА

Издание официальное

Б3 1-99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
М о с к в а

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

Метод определения олова

Tungsten concentrate.

Method of determination of tin

ГОСТ

11884.7-78

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовые концентраты всех марок, предусмотренных ГОСТ 213, и устанавливает объемный метод определения содержания олова при массовой доле его от 0,005 до 1,0 %.

Метод основан на восстановлении олова гипофосфитом до двухвалентного и титровании последнего йодом в присутствии крахмала.

Мешающие элементы отделяют: вольфрам — осаждением совместно с кремниевой кислотой в присутствии желатина; мышьяк, медь и др. — металлическим железом.

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 осуществляют методом добавок по ГОСТ 25086 с каждой партией концентратата, а также при замене реагентов, растворов, длительных перерывах в работе и других изменениях, влияющих на результат анализа.
- 1.4. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов четырех параллельных определений.

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

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

натрия перекись;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:20 и 1:9;

натрий кремниевокислый, раствор в соляной кислоте с массовой долей 1 %;

желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор с массовой долей 1 %;

железо, восстановленное водородом (опилки) по ГОСТ 9849;

ртуть (1) хлористую (каломель), приготовленную следующим образом: к 75—80 см³ воды, содержащей 15 г хлористого натрия, при перемешивании добавляют 445 см³ воды, содержащей 8 см³ азотной кислоты и 50 г ртути (1) азотнокислой. Необходимо соблюдать порядок приливания реагентов, чтобы избежать образования основной соли. Реакционную смесь выдерживают в темном месте и после отстаивания жидкость декантируют. Осадок промывают водой и вновь декантируют. Операцию повторяют до тех пор, пока в пробе промывных вод при добавлении азотнокислого серебра будет появляться только небольшое помутнение. Промытый осадок отфильтровывают на фильтр «красная лента» и сушат при температуре 100—105 °С;

кальций фосфорноватистокислый (гипофосфит кальция) или натрий фосфорноватистокислый по ГОСТ 200;

С. 2 ГОСТ 11884.7-78

натрий двууглекислый по ГОСТ 4201, насыщенный раствор;
калий йодистый по ГОСТ 4232;
крахмал по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 % свежеприготовленный;
натрий хлористый по ГОСТ 4233;
ртуть (1) азотнокислую 2-водную по ГОСТ 4521;
серебро азотнокислое по ГОСТ 1277;
кислоту азотную по ГОСТ 4461;

йод по ГОСТ 4159, раствор молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм³ (примерно), приготовленный следующим образом: отвешивают в блюксе 12,69 г йода и переносят его в раствор, приготовленный растворением 25 г йодистого калия в 100 см³ воды. После растворения йода раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки, перемешивают и переливают в склянку из темного стекла.

Из этого раствора в день употребления разбавлением в 2 и 5 раз готовят соответственно растворы молярной концентрации эквивалентов 0,05 и 0,02 моль/дм³.

Титр раствора устанавливают по олову титрованием пробы следующим образом: 0,1 г тонкорастертого олова растворяют при слабом нагревании в 20 см³ соляной кислоты, добавляют еще 75 см³ ее и переливают раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. Отмеривают по 25 см³ раствора олова (5 мг олова) или по 50 см³ раствора олова (10 мг олова) в три колбы вместимостью 100–150 см³ каждая. Восстановление четырехвалентного олова производят, как указано в п. 3.1. Титруют олово из микробюретки вместимостью 5 см³ раствором йода в первом случае 0,02 моль/дм³, а во втором – 0,05 моль/дм³.

Титр раствора йода (T), выраженный в граммах олова, вычисляют по формуле

$$T = \frac{C \cdot V}{V_1 \cdot 1000},$$

где C – массовая концентрация раствора олова, мг/см³;

V – объем раствора олова, взятый для титрования, см³;

V_1 – объем раствора йода, израсходованный на титрование олова, см³;

1000 – коэффициент пересчета миллиграммов на граммы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 0,5–1,0 г (в зависимости от содержания олова) помещают в железный тигель и обжигают в муфельной печи при 500 °С в течение 30–40 мин. Затем охлаждают, остаток смешивают с 3–4 г перекиси натрия и покрывают таким же количеством плавния. Тигель сначала ставят на край открытой печи, через несколько минут передвигают его в горячую зону и, закрыв муфельную печь, сплавляют при 600–650 °С в течение 5–6 мин.

3.2. Вишиево-красный сплав охлаждают до затвердевания, наружную часть тигля очищают от окалины, осторожно опускают его в холодную воду так, чтобы уровень воды был на 3–4 мм ниже верхнего края тигля. Затем помещают тигель в стакан вместимостью 200–300 см³, в который предварительно наливают 50–60 см³ холодной воды. Стакан накрывают часовым стеклом и ставят на теплую плиту. После выщелачивания сплава тигель вынимают щипцами и обмывают его внутри и снаружи 15–20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:20. К охлажденному раствору при перемешивании приливают 60 см³ соляной кислоты, 10–20 см³ раствора кремниевокислого натрия с массовой долей 1 % и 10–20 см³ горячего раствора желатина. Оставляют в теплом месте до полной коагуляции осадка, время от времени перемешивая раствор (лучше оставить на ночь).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности в колбу вместимостью 500 см³. Осадок промывают горячей соляной кислотой, разбавленной 1:9, до исчезновения желтой окраски от железа. В фильтрат прибавляют 3–5 г железных опилок и нагревают (не доводят до кипения) до полного восстановления трехвалентного железа. После обесцвечивания раствора восстановление железом продолжают еще в течение 15–20 мин. Медь, мышьяк, сурьма осаждаются в элементарном виде, образуя губку, которую отфильтровывают через ватный тампон в колбу вместимостью 500 см³ и промывают 20–30 см³ горячей воды, подкисленной соляной кислотой.

3.4. К фильтрату прибавляют на кончике шпателя (приблизительно 0,1 г) каломели, 0,6–0,8 г

гипофосфита натрия, тщательно перемешивают, закрывают колбу часовым стеклом и кипятят 6—8 мин для полного восстановления олова.

Колбу снимают с плиты, быстро заменяют часовое стекло насадкой Конта — Геккеля с насыщенным раствором бикарбоната натрия, охлаждают в проточной воде и, сняв насадку, титруют олово из микробюrette вместимостью 5 см³ раствором йода 0,02 или 0,05 моль/дм³ в присутствии 0,5 г йодистого калия и 5 см³ раствора крахмала.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора йода, израсходованный на титрование, см³;

T — титр раствора йода, выраженный в граммах олова;

m — масса навески концентрата, г.

4.2. Максимальные расхождения между результатами параллельных определений и двумя результатами анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости (d_{cs}) и воспроизводимости (d_{bc}), приведенных в таблице.

Массовая доля олова, %	Допускаемое расхождение, абсолют. %	
	d_{cs}	d_{bc}
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 « 0,020 «	0,005	0,006
« 0,02 « 0,05 «	0,01	0,02
« 0,05 « 0,10 «	0,03	0,04
« 0,10 « 0,20 «	0,04	0,05
« 0,20 « 0,50 «	0,06	0,08
« 0,5 « 1,0 «	0,1	0,2

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Ф.М. Мумджи (руководитель темы); З.С. Сентар, И.В. Мартынова, С.А. Балахнина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.10.78 № 2769

3. ВЗАМЕН ГОСТ 11890-66

4. Стандарт полностью унифицирован с УСТ 1891-77

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 200-76	2.1
ГОСТ 213-83	Вводная часть
ГОСТ 1277-75	2.1
ГОСТ 3118-77	2.1
ГОСТ 4159-79	2.1
ГОСТ 4201-79	2.1
ГОСТ 4232-74	2.1
ГОСТ 4233-77	2.1
ГОСТ 4461-77	2.1
ГОСТ 4521-78	2.1
ГОСТ 9849-86	2.1
ГОСТ 10163-76	2.1
ГОСТ 11293-89	2.1
ГОСТ 11884.15-82	1.2
ГОСТ 25086-87	1.3
ГОСТ 27329-87	1.1

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4-93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4-94)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июль 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1983 г., в декабре 1989 г. (ИУС 3-84, 4-90)

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *С.В. Рыбовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 27.07.99. Подписано в печать 23.08.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,47.
Тираж 118 экз. С3527. Зак. 678.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Калоедный пер., 14.

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Пар № 080102