

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

Издание официальное

БЗ 1—99

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 концентрата, а также при замене реактивов, 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 (I) 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 (I) азотнокислой. Необходимо соблюдать порядок приливания реактивов, 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 фосфорноватистоокислый (гипофосфит кальция) или натрий фосфорноватистоокислый 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 (I) 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 бюксе 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 тонко-растертого 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 плавня. 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. Вишнево-красный сплав охлаждают до затвердевания, наружную часть тигля очищают от окалины, осторожно опуская 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 микробюретки 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 ($d_{сх}$) и воспроизводимости ($d_{вс}$), приведенных в таблице.

Массовая доля олова, %	Допускаемое расхождение, абс. %	
	$d_{сх}$	$d_{вс}$
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. Септар, 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. Рябовой*

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, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. “Московский печатник”, Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102