ГОСТ 11884.7—78

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.346.3-15:546.811.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

Метод определения олова

ГОСТ 11884.7—78

Tungsten concentrate.
Method of determination of tin

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 $см^3$ воды, содержащей 15 г хлористого натрия, при перемешивании добавляют 445 $см^3$ воды, содержащей 8 $см^3$ 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 фосфорноватистокислый (гипофосфит кальция) или натрий фосфорноватистокислый по ГОСТ 200;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

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/дм^3 (примерно), приготовленный следующим образом: отвешивают в бюксе 12,69 г йода и переносят его в раствор, приготовленный растворением 25 г йодистого калия в 100 см^3 воды. После растворения йода раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, 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/дм^3.

Титр раствора устанавливают по олову титрованием пробы следующим образом: 0,1 г тонкорастертого олова растворяют при слабом нагревании в 20 см^3 соляной кислоты, добавляют еще 75 см^3 ее и переливают раствор в мерную колбу вместимостью 500 см^3, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. Отмеривают по 25 см^3 раствора олова (5 мг олова) или по 50 см^3 раствора олова (10 мг олова) в три колбы вместимостью 100—150 см^3 каждая. Восстановление четырехвалентного олова производят, как указано в п. 3.1. Титруют олово из микробюретки вместимостью 5 см^3 раствором йода в первом случае 0,02 моль/дм^3, а во втором — 0,05 моль/дм^3.

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/см^3;
V — объем раствора олова, взятый для титрования, см^3;
V_1 — объем раствора йода, израсходованный на титрование олова, см^3;
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 см^3, в который предварительно наливают 50—60 см^3 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 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:20. К охлажденному раствору при перемешивании приливают 60 см^3 соляной кислоты, 10—20 см^3 раствора кремниевокислого натрия с массовой долей 1 % и 10—20 см^3 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 см^3. 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 см^3 и промывают 20—30 см^3 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 см^3 раствором йода 0,02 или 0,05 моль/дм^3 в присутствии 0,5 г йодистого калия и 5 см^3 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, см^3;
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. 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. 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

gost.e-ecolog.ru