УДК 622.345-15 : 546.87.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ ОЛОВЯННЫЕ
Метод определения содержания висмута

Tin concentrates. Method for the determination of bismuth content

ГОСТ 22221.8—76

Взамен ГОСТ 13175—67

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 2 ноября 1976 г. № 2484 срок действия установлен

с 01.01. 1978 г.
до 01.01. 1983 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на оловянные концентраты всех марок и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания висмута.

Метод основан на образовании комплексного соединения висмута с тиомочевиной и фотометрировании окрашенного раствора. Мешающее влияние железа устраняют фосфорной кислотой.

Стандарт полностью соответствует рекомендации СЭВ РС 4142—73.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр или спектрофотометр;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—67, разбавленную 1 : 1;

кислоту серную по ГОСТ 4204—66, разбавленную 1 : 1;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—58;

кислоту винную (кислоту виннокаменную) по ГОСТ 5817—69, раствор концентрации 200 г/л;

аммиак водный по ГОСТ 3760—64, разбавленный 1 : 1 и 1 : 20;

железо (III) сернокислое по ГОСТ 9485—74, 1%-ный раствор;

тиомочевину по ГОСТ 6344—73, раствор концентрации 80 г/л;

gost.e-ecolog.ru

висмут по ГОСТ 10928—75, марки ВиО;

стандартные растворы висмута:

раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г висмута помещают в стакан вместимостью 250 мл и растворяют в 200 мл разбавленной 1 : 1 азотной кислоты. Раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают. 1 мл раствора А содержит 0,5 мг висмута;

раствор Б; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 100 мл раствора А в мерную колбу вместимостью 500 мл, приливают 10 мл азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора Б содержит 0,1 мг висмута;

раствор В; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 50 мл раствора Б в мерную колбу вместимостью 500 мл, приливают 10 мл азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора В содержит 0,01 мг висмута.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Масса навески концентрата в зависимости от содержания висмута указана в табл. 1.

Таблица 1

Содержание висмута, %	Масса навески, г	Примечание
До 0,01	2	Используют стандартный раствор В
Св. 0,01 до 0,05	1	То же
„ 0,05 „ 0,1	1	Используют стандартный раствор Б
„ 0,1 „ 0,5	0,5	То же
„ 0,5 „ 1	0,25	„

3.2. Навеску помещают в стакан вместимостью 250 мл, приливают 50 мл азотной кислоты, 10 мл разбавленной 1 : 1 серной кислоты и выпаривают раствор до выделения обильных паров серной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 10 мл азотной кислоты, 2 мл раствора сернокислого железа и доливают водой до объема 100 мл. Раствор нагревают в течение 5—10 мин, охлаждают, приливают разбавленный 1 : 1 аммиак до выделения осадка гидроокисей и в избыток 5 мл и оставляют в теплом месте на 15—20 мин для коагуляции. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 3—4 раза горячим разбавленным 1 : 20 раствором аммиака. Фильтрат отбрасывают.

Осадок вместе с фильтром помещают в стакан, в котором проводилось осаждение, приливают 50 мл разбавленной 1 : 1 азотной кислоты и нагревают до растворения гидроокисей. Раствор охлаждают, приливают 10 мл раствора винной кислоты, 10 мл фосфорной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 250 мл, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через средней плотности фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата. Далее отбирают пипеткой 50 мл фильтрата в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки раствором тиомочевины и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 460 нм или на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом пропускания 460 нм, в кювете с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя раствора.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По значению оптической плотности анализируемого раствора с учетом значений оптической плотности контрольного опыта устанавливают содержание висмута по градуировочному графику.

3.3. Для построения градуировочного графика при содержании висмута в концентратах до 0,05% в мерные колбы вместимостью по 100 мл отбирают 0; 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 4; 5; 7; 10 и 15 мл стандартного раствора В и приливают по 10 мл разбавленной 1 : 1 азотной кислоты, по 2 мл раствора сернокислого железа, по 20 мл воды, по 2 мл винной и 2 мл фосфорной кислот. Содержимое колб перемешивают, приливают по 50 мл раствора тиомочевины, доливают водой до меток, перемешивают и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.2.

Для построения градуировочного графика берут среднее арифметическое результатов трех измерений оптической плотности каждого раствора.

По полученным средним значениям оптической плотности растворов и известным содержаниям висмута строят градуировочный график.

3.4. Для построения градуировочного графика при содержании висмута в концентратах свыше 0,05% в мерные колбы вместимостью по 100 мл отбирают 0; 1; 2; 3; 5; 7 и 10 мл стандартного раствора Б и далее проводят анализ по п. 3.3.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — масса висмута, найденная по градуировочному графику, 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 висмута, %	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

Изменение № 1 ГОСТ 22221.8—76 Концентраты оловянные. Метод определения содержания висмута

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: мл на $см^3$.

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методу анализа — по СТ СЭВ 314—76 и ГОСТ 22221.9—78».

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

(Продолжение изменения к ГОСТ 22221.8—76)

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».

Стандарт дополнить разделом — 2а:

«2а. Подготовка к анализу

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

Пункт 2.1. Заменить ссылки: ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 4204—66 на ГОСТ 4204—77, ГОСТ 6552—58 на ГОСТ 6552—80, ГОСТ 5817—69 на ГОСТ 5817—77, ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79.

(ИУС № 3 1983 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 22221.8—76 Концентраты оловянные. Метод определения содержания висмута

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.06.87 № 2863

Дата введения 01.01.88

Наименование стандарта и по всему тексту заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

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». Вводная часть. Третий абзац исключить.

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 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 интерва-

(Продолжение изменения к ГОСТ 22221.8—76)

ла допустимых значений, приведенный 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

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

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

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

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

d_1 — допускаемое расхождение для результата анализа пробы с добавкой;

d_2 — допускаемое расхождение для результата анализа без добавки

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

Пункт 2.1. Восьмой абзац. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «раствор, массовой доли 1 %».

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

(ИУС № 11 1987 г.).

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 22221.0—76	Концентраты оловянные. Общие требования к методам химического анализа	3
ГОСТ 22221.1—76	Концентраты оловянные. Метод определения содержания олова	5
ГОСТ 22221.2—76	Концентраты оловянные. Методы определения содержания вольфрама	13
ГОСТ 22221.3—76	Концентраты оловянные. Методы определения содержания серы	20
ГОСТ 22221.4—76	Концентраты оловянные. Методы определения содержания мышьяка	28
ГОСТ 22221.5—76	Концентраты оловянные. Методы определения содержания меди и цинка	34
ГОСТ 22221.6—76	Концентраты оловянные. Методы определения содержания свинца	46
ГОСТ 22221.7—76	Концентраты оловянные. Метод определения содержания фтора	56
ГОСТ 22221.8—76	Концентраты оловянные. Метод определения содержания висмута	60

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *Н. С. Гришанова*
Корректор *Т. А. Камнева*

Сдано в наб 22.11.76 Подп в печ. 17 01 77 4,0 п л 3,65 уч.-изд. л. Тир 10000 Цена 19 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов Москва, Д-557, Новопресненский пер., 3.
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак 1911

gost.e-ecolog.ru