УДК 622.345-15 : 546.16.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ ОЛОВЯННЫЕ
Метод определения содержания фтора

Tin concentrates. Method for the determination of fluorine content

ГОСТ 22221.7—76

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 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;

gost.e-ecolog.ru

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;

цирконализариновый 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°С 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: мл на $см^3$.

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 — 2*а*:

«2а. Подготовка к анализу

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

(ИУС № 3 1983 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 22221.7—76 Концентраты оловянные. Метод определения содержания фтора

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: «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

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

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 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».

gost.e-ecolog.ru

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.).