МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВИСМУТА

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.346.3-15:546.87.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

Метод определения висмута

ГОСТ 11884.13—78

Tungsten concentrate.
Method of determination of bismuth

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовые концентраты всех марок, предусмотренных ГОСТ 213, и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания висмута при массовой доле его от 0,005 до 0,5 %.

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения висмута с йодистым калием и фотоколориметрировании окрашенного раствора.

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 осуществляют с помощью стандартного образца состава вольфрамового концентрата ГСО 3459—86 или методом добавок по ГОСТ 25086 одновременно с каждой партией анализируемого материала, а также при замене реактивов, растворов, длительных перерывах в работе и других изменениях, влияющих на ход анализа.

1.4. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М или типа КФК-2-УХЛ 4.2;

кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную 1:1;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 10 % (по объему);

кислоту винную по ГОСТ 5817, раствор с массовой долей 20 %;

кислоту аскорбиновую, свежеприготовленный раствор с массовой долей 10 %;

калий йодистый по ГОСТ 4232, свежеприготовленный раствор с массовой долей 20 %;

бром по ГОСТ 4109;

висмут марки Ви00 или Ви0 по ГОСТ 10928;

стандартные растворы висмута:

раствор А, приготовленный следующим образом: 0,1 г висмута растворяют при нагревании в 20 $см^3$ азотной кислоты. Раствор охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, приливают 40 $см^3$ прокипяченной (для удаления окислов) азотной кислоты, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,1 мг висмута;

раствор Б, приготовленный следующим образом: раствор А разбавляют водой в 10 раз.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,01 мг висмута.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, смачивают водой, приливают 20 см^3 соляной кислоты и нагревают до прекращения выделения сероводорода. Затем приливают 5 см^3 азотной кислоты и продолжают нагревать до получения влажного остатка без корольков серы. Если есть корольки, добавляют несколько капель брома для окисления серы, затем добавляют 1 см^3 соляной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Выпаривание повторяют дважды, прибавляя каждый раз по 5 см^3 соляной кислоты.

3.2. К влажному остатку приливают 15 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, нагревают раствор до кипения и охлаждают. Фильтруют через плотный двойной фильтр, в конус которого добавлено небольшое количество фильтробумажной массы. Фильтр с осадком промывают 5—6 раз небольшим количеством раствора соляной кислоты. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 (раствор В).

3.3. Для концентратов марок КВГ-2 и КВГ-3 раствор В доливают до метки раствором соляной кислоты с массовой долей 10 % и перемешивают. От полученного раствора отбирают аликвотную часть объемом 25 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. К аликвотной части (для марок КВГ-2 и КВГ-3) или ко всему раствору В (для остальных марок) приливают по каплям раствор аскорбиновой кислоты до обесцвечивания анализируемого раствора, 2 см^3 раствора винной кислоты, 20 см^3 раствора йодистого калия (после добавления каждого реактива раствор перемешивают), доливают до метки раствором соляной кислоты и снова тщательно перемешивают.

3.2, 3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4. Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 453 нм в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 50 или 10 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

По величине оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание висмута по градуировочному графику.

3.5. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см^3 при помощи бюретки отмеривают 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и 10,0 см^3 раствора Б (для кюветы с толщиной колориметрируемого слоя 50 см^3) и 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и 10,0 см^3 раствора А (для кюветы с толщиной колориметрируемого слоя 10 мм).

В каждую колбу приливают по 40 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, несколько капель раствора аскорбиновой кислоты, 2 см^3 раствора винной кислоты и 20 см^3 раствора йодистого калия (после прибавления каждого реактива раствор перемешивают), доливают до метки водой и снова тщательно перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют, как указано в п. 3.4.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю висмута (X) в процентах для концентратов марок КВГ-В, КВГ-1, КМШ вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса висмута, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески концентрата, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

4.2. Массовую долю висмута (X_1) в процентах для концентрата марок КВГ-2 и КВГ-3 вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где V — объем анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3.

4.3. 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 висмута, %	Допускаемые расхождения, абс. %	
	$d_{сх}$	$d_{вс}$
От 0,005 до 0,010 включ.	0,001	0,002
Св. 0,010 » 0,020 »	0,003	0,004
» 0,020 » 0,050 »	0,006	0,007
» 0,050 » 0,100 »	0,008	0,010
» 0,10 » 0,25 »	0,02	0,03
» 0,25 » 0,50 »	0,06	0,07

4.1—4.3. **(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 № 2770

3. ВЗАМЕН ГОСТ 11896—66

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 213—83	Вводная часть	ГОСТ 5817—77	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1	ГОСТ 10928—90	2.1
ГОСТ 4109—79	2.1	ГОСТ 11884.15—82	1.2
ГОСТ 4232—74	2.1	ГОСТ 25086—87	1.3
ГОСТ 4461—77	2.1	ГОСТ 27329—87	1.1

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

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (сентябрь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1983 г., декабре 1989 г. (ИУС 3—84, 4—90)

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 11.08.99. Подписано в печать 09.09.99. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,43.
Тираж 118 экз. С3613. Зак. 756.

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