МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.346.3-15:546.86.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

Метод определения сурьмы

ГОСТ 11884.12—78

Tungsten concentrate.
Method of determination of antimony

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.80

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

Метод основан на образовании йодид-сурьмяного комплекса зеленовато-желтого цвета при взаимодействии трехвалентной сурьмы с йодидом калия в сернокислой среде 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 анализа осуществляется 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 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 КФК-2-УХЛ 4.2;

кислоту азотную по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 1 % (по объему);

кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1 и 1:3;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 5 % (по объему);

кислоту винную (виннокаменную) по ГОСТ 5817;

аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 1 % (по объему);

натрий сернистый по ГОСТ 2053, раствор с массовой долей 10 %;

натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 5 %;

медь сернокислую по ГОСТ 4165, раствор сернокислой меди, приготовленный следующим образом: 0,982 г сернокислой меди растворяют в 100 $см^3$ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора содержит 1 мг меди;

железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор с массовой долей 3 %;

тиоацетамид, водный раствор с массовой долей 2 %;

калий йодистый по ГОСТ 4232, 20 %-ный раствор;

тиомочевину по ГОСТ 6344, 10 %-ный раствор;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

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

сурьму марки Су0 по ГОСТ 1089;

метиловый оранжевый (индикатор), 0,1 %-ный водный раствор;

стандартные растворы сурьмы:

раствор А, приготовленный следующим образом: 0,1 г сурьмы растворяют при нагревании в 20 $см^3$ серной кислоты. Охлаждают и осторожно приливают 200—300 $см^3$ воды и вновь охлаждают. Приливают еще 80 $см^3$ серной кислоты, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доливают водой до метки.

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

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

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и приливают 50—60 $см^3$ соляной кислоты. Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают на водяной бане или на слое асбеста в течение 1—1,5 ч. После этого часовое стекло снимают и обмывают над стаканом небольшим количеством воды. Раствор выпаривают до объема 15—20 $см^3$, приливают 15—20 $см^3$ азотной кислоты, вновь накрывают стакан часовым стеклом и нагревают. По окончании бурной реакции стекло снимают и обмывают над стаканом водой. Содержимое стакана выпаривают до получения влажного остатка. Выпаривание повторяют еще дважды, прибавляя каждый раз по 5 $см^3$ азотной кислоты.

3.2. К влажному остатку приливают 10 $см^3$ азотной кислоты, 25—30 $см^3$ воды, нагревают до кипения, охлаждают и отфильтровывают осадок вольфрамовой кислоты и нерастворимый остаток на фильтр с синей лентой, в конус которого вложено небольшое количество фильтробумажной массы. Фильтр с осадком промывают 2—3 раза горячим раствором азотной кислоты с массовой долей 1 %. Фильтрат сохраняют (раствор В).

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.3. Нерастворимый остаток и вольфрамовую кислоту на фильтре обрабатывают теплым раствором гидроокиси натрия до полного растворения вольфрамовой кислоты, фильтр промывают 2—3 раза горячей водой. В фильтрат добавляют по каплям соляную кислоту до кислой реакции по метиловому оранжевому, приливают 5 $см^3$ раствора хлорного железа, нагревают, добавляют аммиак до появления слабого запаха и в избыток 1—2 $см^3$; оставляют стакан в теплом месте до полной коагуляции осадка. Отфильтровывают осадок на обычный фильтр, промывают 3—4 раза горячим раствором аммиака. Фильтр с осадком сохраняют.

3.4. К фильтрату (раствор В) приливают 5 $см^3$ раствора хлорного железа, нагревают и, постоянно помешивая, небольшими порциями добавляют аммиак до появления слабого запаха и в избыток 1—2 $см^3$. Осадку дают скоагулироваться и отфильтровывают на фильтр с осадком (см. п. 3.3). Объединенные осадки промывают 4—5 раз горячим раствором аммиака. Осадок растворяют на развернутом фильтре горячим 5 %-ным раствором соляной кислоты. Небольшими порциями этой же кислоты промывают фильтр до обесцвечивания. В полученный раствор добавляют 2—3 г винной кислоты, 5 $см^3$ раствора сернокислой меди и нейтрализуют аммиаком до щелочной реакции по метиловому оранжевому. Прибавляют 50 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до 90—95 °С, приливают 50 $см^3$ раствора тиоацетамида, доводят до кипения и оставляют на 2—3 ч (можно оставить на ночь).

3.5. Осадок сульфидов отфильтровывают на обычный фильтр и промывают 5—6 раз холодной водой. Воронку с осадком переносят в стакан, где проводилось осаждение сульфидов, и растворяют осадок 13—15 $см^3$ теплого раствора сернистого натрия. Фильтр промывают 2—3 раза горячей водой, содержащей сернистый натрий.

3.6. К фильтрату приливают 12—15 $см^3$ азотной кислоты, нагревают до начала бурной реакции и снимают с плиты; по окончании бурной реакции раствор снова нагревают и выпаривают до объема 5—7 $см^3$, приливают 10 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления обильных паров серного ангидрида. После этого колбу охлаждают, стенки колбы обмывают водой и выпаривают раствор почти досуха (0,2—0,3 $см^3$). К остатку от выпаривания приливают 12—15 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:3, нагревают до растворения солей, фильтруют, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, промывают фильтр 3—4 раза небольшими порциями серной кислоты той же концентрации охлаждают (раствор Г).

Для концентратов марок КВГ-2 и КВГ-3 раствор Г доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:3, и перемешивают.

3.7. От полученного раствора отбирают 10 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и приливают 20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:3 (раствор Д).

К раствору Д (для марок КВГ-2 и КВГ-3) и раствору Г (для остальных марок) приливают по 10 см^3 раствора йодистого калия, перемешивают, затем приливают 5 см^3 раствора тиомочевины, доливают серной кислотой, разбавленной 1:3, до метки и тщательно перемешивают.

3.6, 3.7. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.8. Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 413 нм и толщиной колориметрического слоя 50 или 10 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

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

3.9. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 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 мм) 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).

Затем в каждую колбу приливают по 10—15 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:3, 10 см^3 раствора йодистого калия, перемешивают, приливают по 5 см^3 раствора тиомочевины, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:3, и тщательно перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют, как указано в п. 3.8.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю сурьмы (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 сурьмы, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески концентрата, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

4.2. Массовую долю сурьмы (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 сурьмы, %	Допускаемое расхождение, абс. %	
	$d_{сх}$	$d_{вс}$
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,020 »	0,004	0,006
» 0,020 » 0,050 »	0,008	0,010
» 0,05 » 0,10 »	0,02	0,03
» 0,10 » 0,20 »	0,04	0,06
» 0,20 » 0,50 »	0,06	0,08

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 11895—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 4232—74	2.1
ГОСТ 1089—82	2.1	ГОСТ 4328—77	2.1
ГОСТ 2053—77	2.1	ГОСТ 4461—77	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1	ГОСТ 5817—77	2.1
ГОСТ 3760—79	2.1	ГОСТ 6344—73	2.1
ГОСТ 4147—74	2.1	ГОСТ 11884.15—82	1.2
ГОСТ 4165—78	2.1	ГОСТ 25086—87	1.3
ГОСТ 4204—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. Кануркина*
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. 0,93. Уч.-изд. л. 0,55.
Тираж 118 экз. С3622. Зак. 753.

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