

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЛОВА

Издание официальное

Б3 1-99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
М о с к в а

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т**КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ****Метод определения олова**

Tungsten concentrate.

Method of determination of tin

**ГОСТ
11884.7—78**

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 реагентов, 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;

рутуть (1) хлористую (каломель), приготовленную следующим образом: к 75—80 см³ воды, содержащей 15 г хлористого натрия, при перемешивании добавляют 445 см³ воды, содержащей 8 см³ азотной кислоты и 50 г ртути (1) азотнокислой. Необходимо соблюдать порядок приливания реагентов, 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 °C;

кальций фосфорноватистокислый (гипофосфит кальция) или натрий фосфорноватистокислый по ГОСТ 200;

Издание официальное**Перепечатка воспрещена**

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

C. 2 ГОСТ 11884.7—78

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 (I) 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/дм³ (примерно), приготовленный следующим образом: отвешивают в бюксе 12,69 г йода и переносят его в раствор, приготовленный растворением 25 г йодистого калия в 100 см³ воды. После растворения йода раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, 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/дм³.

Титр раствора устанавливают по олову титрованием пробы следующим образом: 0,1 г тонкорастертого олова растворяют при слабом нагревании в 20 см³ соляной кислоты, добавляют еще 75 см³ ее и переливают раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. Отмеривают по 25 см³ раствора олова (5 мг олова) или по 50 см³ раствора олова (10 мг олова) в три колбы вместимостью 100—150 см³ каждая. Восстановление четырехвалентного олова производят, как указано в п. 3.1. Титруют олово из микробюretki вместимостью 5 см³ раствором йода в первом случае 0,02 моль/дм³, а во втором — 0,05 моль/дм³.

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/см³;

V — объем раствора олова, взятый для титрования, см³;

V_1 — объем раствора йода, израсходованный на титрование олова, см³;

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 см³, в который предварительно наливают 50—60 см³ 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 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:20. К охлажденному раствору при перемешивании приливают 60 см³ соляной кислоты, 10—20 см³ раствора кремниевокислого натрия с массовой долей 1 % и 10—20 см³ 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 см³. 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 см³ и промывают 20—30 см³ горячей воды, подкисленной соляной кислотой.

3.4. К фильтрату прибавляют на кончике шпателя (приблизительно 0,1 г) каломели, 0,6—0,8 г