

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ

Издание официальное

Б31-99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

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 сурьмы

Tungsten concentrate.
Method of determination of antimony

ОКСТУ 1709

ГОСТ
11884.12-78

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 см³ воды, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ 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;

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 см³ серной кислоты. Охлаждают и осторожно приливают 200—300 см³ воды и вновь охлаждают. Приливают еще 80 см³ серной кислоты, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг сурьмы;

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

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг сурьмы.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентратата массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и приливают 50—60 см³ 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 см³, приливают 15—20 см³ 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 см³ азотной кислоты.

3.2. К влажному остатку приливают 10 см³ азотной кислоты, 25—30 см³ 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 см³ раствора хлорного железа, нагревают, добавляют аммиак до появления слабого запаха и в избыток 1—2 см³; 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 см³ раствора хлорного железа, нагревают и, постоянно помешивая, небольшими порциями добавляют аммиак до появления слабого запаха и в избыток 1—2 см³. Осадку дают сконденсироваться 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 см³ раствора сернокислой меди и нейтрализуют аммиаком до щелочной реакции по метиловому оранжевому. Прибавляют 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до 90—95 °C, приливают 50 см³ 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 см³ теплого раствора сернистого натрия. Фильтр промывают 2—3 раза горячей водой, содержащей сернистый натрий.

3.6. К фильтрату приливают 12—15 см³ азотной кислоты, нагревают до начала бурной реакции и снимают с плиты; по окончании бурной реакции раствор снова нагревают и выпаривают до объема 5—7 см³, приливают 10 см³ 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 см³). К остатку от выпаривания приливают 12—15 см³ серной кислоты, разбавленной 1:3, нагревают до растворения солей, фильтруют, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 50 см³, промывают фильтр 3—4 раза небольшими порциями серной кислоты той же концентрации охлаждают (раствор Г).