

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВИСМУТА

Издание официальное

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

Метод определения висмута

Tungsten concentrate.
Method of determination of bismuth

ГОСТ
11884.13—78

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 см³ азотной кислоты. Раствор охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, приливают 40 см³ прокипяченной (для удаления окислов) азотной кислоты, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг висмута;

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

1 см³ 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 см³, смачивают водой, приливают 20 см³ соляной кислоты и нагревают до прекращения выделения сероводорода. Затем приливают 5 см³ азотной кислоты и продолжают нагревать до получения влажного остатка без корочек серы. Если есть корочки, добавляют несколько капель брома для окисления серы, затем добавляют 1 см³ соляной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Выпаривание повторяют дважды, прибавляя каждый раз по 5 см³ соляной кислоты.

3.2. К влажному остатку приливают 15 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, нагревают раствор до кипения и охлаждают. Фильтруют через плотный двойной фильтр, в конус которого добавлено небольшое количество фильтровальной массы. Фильтр с осадком промывают 5—6 раз небольшим количеством раствора соляной кислоты. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³ (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 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. 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 см³ раствора винной кислоты, 20 см³ 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 см³ при помощи бюретки отмеривают 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и 10,0 см³ раствора Б (для кюветы с толщиной колориметрируемого слоя 50 см³) и 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и 10,0 см³ раствора А (для кюветы с толщиной колориметрируемого слоя 10 мм).

В каждую колбу приливают по 40 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, несколько капель раствора аскорбиновой кислоты, 2 см³ раствора винной кислоты и 20 см³ 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, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³.

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. Вареницова
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