

# КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ

Издание официальное

## КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

## Метод определения сурьмы

Tungsten concentrate.  
Method of determination of antimony

ГОСТ  
11884.12—78

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 сернистой 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 сернистую по ГОСТ 4165, раствор сернистой меди, приготовленный следующим образом: 0,982 г сернистой меди растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> серной кислоты. Охлаждают и осторожно приливают 200—300 см<sup>3</sup> воды и вновь охлаждают. Приливают еще 80 см<sup>3</sup> серной кислоты, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг сурьмы;

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

1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> и приливают 50—60 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, приливают 15—20 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> азотной кислоты.

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

3.6. К фильтрату приливают 12—15 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>). К остатку от выпаривания приливают 12—15 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:3, нагревают до растворения солей, фильтруют, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и приливают 20 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> раствора йодистого калия, перемешивают, затем приливают 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> при помощи бюретки отмеривают 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и 10,0 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> раствора А (для кюветы с толщиной колориметрируемого слоя 10 мм).

Затем в каждую колбу приливают по 10—15 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:3, 10 см<sup>3</sup> раствора йодистого калия, перемешивают, приливают по 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>.

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,<br>на который дана ссылка | Номер пункта  | Обозначение НТД,<br>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