

**КОНЦЕНТРАТЫ ОЛОВЯННЫЕ**  
**Метод определения содержания висмута**Tin concentrates. Method for  
the determination of bismuth  
content**ГОСТ**  
**22221.8—76**Взамен  
ГОСТ 13175—67Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров  
СССР от 2 ноября 1976 г. № 2484 срок действия установленс 01.01. 1978 г.  
до 01.01. 1983 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на оловянные концентраты всех марок и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания висмута.

Метод основан на образовании комплексного соединения висмута с тиомочевинной и фотометрировании окрашенного раствора. Мешающее влияние железа устраняют фосфорной кислотой.

Стандарт полностью соответствует рекомендации СЭВ РС 4142—73.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 22221.0—76.

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

2.1. Для проведения анализа применяют:  
фотоэлектроколориметр или спектрофотометр;  
кислоту азотную по ГОСТ 4461—67, разбавленную 1 : 1;  
кислоту серную по ГОСТ 4204—66, разбавленную 1 : 1;  
кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—58;  
кислоту винную (кислоту виннокаменную) по ГОСТ 5817—69,  
раствор концентрации 200 г/л;  
аммиак водный по ГОСТ 3760—64, разбавленный 1 : 1 и 1 : 20;  
железо (III) сернокисл. по ГОСТ 9485—74, 1%-ный раствор;  
тиомочевину по ГОСТ 6344—73, раствор концентрации 80 г/л;

висмут по ГОСТ 10928—75, марки ВиО;

стандартные растворы висмута:

раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г висмута помещают в стакан вместимостью 250 мл и растворяют в 200 мл разбавленной 1:1 азотной кислоты. Раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают. 1 мл раствора А содержит 0,5 мг висмута;

раствор Б; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 100 мл раствора А в мерную колбу вместимостью 500 мл, приливают 10 мл азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора Б содержит 0,1 мг висмута;

раствор В; готовят следующим образом: отбирают пипеткой 50 мл раствора Б в мерную колбу вместимостью 500 мл, приливают 10 мл азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора В содержит 0,01 мг висмута.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Масса навески концентрата в зависимости от содержания висмута указана в табл. 1.

Таблица 1

| Содержание висмута, % | Масса навески, г | Примечание                       |
|-----------------------|------------------|----------------------------------|
| До 0,01               | 2                | Используют стандартный раствор В |
| Св. 0,01 до 0,05      | 1                | То же                            |
| „ 0,05 „ 0,1          | 1                | Используют стандартный раствор Б |
| „ 0,1 „ 0,5           | 0,5              | То же                            |
| „ 0,5 „ 1             | 0,25             | „                                |

3.2. Навеску помещают в стакан вместимостью 250 мл, приливают 50 мл азотной кислоты, 10 мл разбавленной 1:1 серной кислоты и выпаривают раствор до выделения обильных паров серной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 10 мл азотной кислоты, 2 мл раствора сернокислого железа и доливают водой до объема 100 мл. Раствор нагревают в течение 5—10 мин, охлаждают, приливают разбавленный 1:1 аммиак до выделения осадка гидроокси-сей и в избыток 5 мл и оставляют в теплом месте на 15—20 мин для коагуляции. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 3—4 раза горячим разбавленным 1:20 раствором аммиака. Фильтрат отбрасывают.

Осадок вместе с фильтром помещают в стакан, в котором проводилось осаждение, приливают 50 мл разбавленной 1:1 азотной кислоты и нагревают до растворения гидроокисей. Раствор охлаждают, приливают 10 мл раствора винной кислоты, 10 мл фосфорной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 250 мл, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют через средней плотности фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата. Далее отбирают пипеткой 50 мл фильтрата в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки раствором тиомочевины и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 460 нм или на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом пропускания 460 нм, в кювете с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя раствора.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По значению оптической плотности анализируемого раствора с учетом значений оптической плотности контрольного опыта устанавливают содержание висмута по градуировочному графику.

3.3. Для построения градуировочного графика при содержании висмута в концентратах до 0,05% в мерные колбы вместимостью по 100 мл отбирают 0; 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 4; 5; 7; 10 и 15 мл стандартного раствора В и приливают по 10 мл разбавленной 1:1 азотной кислоты, по 2 мл раствора сернокислого железа, по 20 мл воды, по 2 мл винной и 2 мл фосфорной кислот. Содержимое колб перемешивают, приливают по 50 мл раствора тиомочевины, доливают водой до меток, перемешивают и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.2.

Для построения градуировочного графика берут среднее арифметическое результатов трех измерений оптической плотности каждого раствора.

По полученным средним значениям оптической плотности растворов и известным содержаниям висмута строят градуировочный график.

3.4. Для построения градуировочного графика при содержании висмута в концентратах свыше 0,05% в мерные колбы вместимостью по 100 мл отбирают 0; 1; 2; 3; 5; 7 и 10 мл стандартного раствора Б и далее проводят анализ по п. 3.3.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание висмута ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  — масса висмута, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должно превышать значений величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

| Содержание висмута, % |  | Допускаемое расхождение, % |
|-----------------------|--|----------------------------|
| До 0,01               |  | 0,003                      |
| Св. 0,01 . 0,03       |  | 0,005                      |
| . 0,03 . 0,05         |  | 0,01                       |
| . 0,05 . 0,1          |  | 0,02                       |
| . 0,1 . 0,2           |  | 0,03                       |
| . 0,2 . 0,5           |  | 0,05                       |
| . 0,5 . 1             |  | 0,07                       |

Изменение № 1 ГОСТ 22221.8—76 Концентраты оловянные. Метод определения содержания висмута

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.12.82 № 4906 срок введения установлен

с 01.04.83

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на см<sup>3</sup>.

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методу анализа — по СТ СЭВ 314—76 и ГОСТ 22221.9—78».

Раздел 1 дополнить пунктами — 1.2, 1.3: «1.2. Требования безопасности — по нормативно-технической документации, утвержденной в установленном порядке.

*(Продолжение изменения к ГОСТ 22221.8—76)*

1.3. Допускается применение других методов, не уступающих по точности указанным в стандарте.

При разногласиях в оценке качества химический состав оловянных концентратов должен определяться по методу, установленному стандартом».

Стандарт дополнить разделом — 2а:

«2а. Подготовка к анализу

2а.1. Подготовка к анализу — по ГОСТ 22221.1—76».

Пункт 2.1. Заменить ссылки: ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 4204—66 на ГОСТ 4204—77, ГОСТ 6552—58 на ГОСТ 6552—80, ГОСТ 5817—69 на ГОСТ 5817—77, ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79.

(ИУС № 3 1983 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 22221.8—76 Концентраты оловянные. Метод определения содержания висмута

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.06.87 № 2863

Дата введения 01.01.88

Наименование стандарта и по всему тексту заменить слово: «содержания» на «массовой доли».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1722.

По всему тексту стандарта заменить единицу и слова: л на дм<sup>3</sup>, «стандартный раствор» на «раствор для построения градуировочного графика». Вводная часть. Третий абзац исключить.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: СТ СЭВ 314—76 на ГОСТ 27329—87.

Раздел 1 дополнить пунктами: 1.4—1.6: «1.4. Правильность результатов анализа контролируют с использованием государственных образцов (ГСО) оловянных концентратов или методом добавок одновременно с анализом материала каждой партии.

1.5. Для метода стандартных образцов результат анализа считается правильным, если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами определения при анализе стандартных образцов попадает в границы интерва-

*(Продолжение изменения к ГОСТ 22221.8—76)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 22221.8—76)*

ла допустимых значений, приведенный в конкретном стандарте на метод анализа или методике, аттестованной по ГОСТ 8.010—72 и ГОСТ 8.505—84.

1.6. Для метода добавок должно выполняться неравенство

$$|(\bar{X}_D - \bar{X}) - X_D| < 0,5 \sqrt{d_1^2 - d_2^2};$$

где  $\bar{X}$  — среднее значение результата анализа пробы без добавки;

$\bar{X}_D$  — среднее значение результата анализа пробы с добавкой;

$X_D$  — массовая доля элемента, внесенная в пробу с добавкой;

$d_1$  — допускаемое расхождение для результата анализа пробы с добавкой;

$d_2$  — допускаемое расхождение для результата анализа без добавки.

Добавка должна в 2—3 раза превышать значение нижнего предела содержания определяемого элемента».

Пункт 2.1. Восьмой абзац. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «раствор, массовой доли 1 %».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции (кроме табл. 2): «4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать значений, указанных в табл. 2».

(ИУС № 11 1987 г.)

# СОДЕРЖАНИЕ

|                 |                                                                                 |    |
|-----------------|---------------------------------------------------------------------------------|----|
| ГОСТ 22221.0—76 | Концентраты оловянные. Общие требования к методам химического анализа . . . . . | 3  |
| ГОСТ 22221.1—76 | Концентраты оловянные. Метод определения содержания олова . . . . .             | 5  |
| ГОСТ 22221.2—76 | Концентраты оловянные. Методы определения содержания вольфрама . . . . .        | 13 |
| ГОСТ 22221.3—76 | Концентраты оловянные. Методы определения содержания серы . . . . .             | 20 |
| ГОСТ 22221.4—76 | Концентраты оловянные. Методы определения содержания мышьяка . . . . .          | 28 |
| ГОСТ 22221.5—76 | Концентраты оловянные. Методы определения содержания меди и цинка . . . . .     | 34 |
| ГОСТ 22221.6—76 | Концентраты оловянные. Методы определения содержания свинца . . . . .           | 46 |
| ГОСТ 22221.7—76 | Концентраты оловянные. Метод определения содержания фтора . . . . .             | 56 |
| ГОСТ 22221.8—76 | Концентраты оловянные. Метод определения содержания висмута . . . . .           | 60 |

Редактор *Н. Е. Шестакова*  
 Технический редактор *Н. С. Гришанова*  
 Корректор *Т. А. Камнева*

Сдано в наб. 22.11.76 Подп. в печ. 17.01.77 4,0 п. л. 3,65 уч.-изд. л. Тир. 10000 Цена 19 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д-557, Новопресиенский пер., 3  
 Тип. «Московский печатник», Москва, Лялино пер., 6. Зак. 1911