УДК 622.349.3-15:546.42.226.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Метод определения сернокислого стронция

Raremetallic concentrates.
Method for the determination
of strontium sulphate

ГОСТ 25702.12—83*

ОКСТУ 1760

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 апреля 1983 г. № 1613 срок введения установлен

с 01.07.84

Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.88 № 3362 срок действия продлен

до 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения сернокислого стронция (при массовой доле его от 70 до 95 %) в целестиновом концентрате при суммарной массовой доле окисей алюминия, кремния и железа не более 2 %.

Метод основан на атомизации концентрата в воздушно-ацетиленовом пламени и измерении атомного поглощения стронция после предварительной химической подготовки пробы. Влияние состава пробы устраняют добавлением азотнокислого лантана.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 25702.0—83.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы аналитические.

Весы технические.

Баня песчаная с температурой на поверхности песка не ниже 270 °С.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (март 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89)*

gost.e-ecolog.ru

Плитка электрическая.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру 150 °С.

Спектрофотометр атомно-абсорбционный модели Перкин—Элмер, «Сатурн» или аналогичный прибор, предназначенный для работы с воздушно-ацетиленовым пламенем.

Горелка со щелью длиной 50 мм (Перкин—Элмер) и 100 мм («Сатурн»).

Лампа полого катода, предназначенная для определения стронция.

Ацетилен в баллонах технический по ГОСТ 5457—75.

Бюксы стеклянные.

Воронки стеклянные.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 200 и 1000 см³.

Пипетки вместимостью 5, 10, 20 и 25 см³ без делений.

Пипетки вместимостью 5 см³ с делениями.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 250 см³.

Цилиндры мерные вместимостью 25 и 100 см³.

Эксикатор.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Кислота азотная по ГОСТ 11125—84, разбавленная 1:1 и 1:3.

Кальций хлористый плавленый.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79, растворы с массовой концентрацией 10 г/дм³ и 100 г/дм³.

Лантана окись, прокаленная при температуре не выше 600 °С.

Раствор азотнокислого лантана.

Навеску окиси лантана массой 58,6 г растворяют при нагревании в 50 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора содержит 50 мг лантана.

Стронций углекислый.

Растворы стронция:

Основной раствор. Навеску углекислого стронция массой 1,2859 г, предварительно высушенного до постоянной массы при 110—115 °С, помещают в стакан вместимостью 250 см³, смачивают водой и растворяют в 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ основного раствора содержит 8 мг стронция в пересчете на сернокислый стронций;

Рабочий раствор А. Отбирают пипеткой 5 см³ основного раствора, переводят его в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ рабочего раствора А содержит 0,4 мг стронция в пересчете на сернокислый стронций;

Рабочий раствор Б. Отбирают пипеткой 5 см³ рабочего раствора А, переводят его в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ рабочего раствора Б содержит 0,02 мг стронция в пересчете на сернокислый стронций.

Растворы сравнения:

серия 1. В три мерные колбы вместимостью 100 см³ вводят 5, 10 и 25 см³ стандартного раствора стронция (рабочий раствор Б), доливают до метки водой и перемешивают. Растворы сравнения серии 1 содержат 1, 2 и 5 мкг/см³ стронция в пересчете на сернокислый стронций соответственно. Растворы используют при определении стронция в растворе контрольного опыта;

серия 2. В три мерные колбы вместимостью 100 см³ вводят 25 см³ рабочего раствора Б, 2,5 и 5 см³ рабочего раствора А, в каждую колбу вводят по 20 см³ раствора азотнокислого лантана, доводят до метки водой и перемешивают. Растворы сравнения серии 2 содержат 5, 10 и 20 мкг/см³ стронция в пересчете на сернокислый стронций соответственно.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и приливают 80 см³ раствора углекислого натрия с массовой концентрацией 100 г/дм³. В горлышко колбы вставляют воронку диаметром 4 см и содержимое колбы нагревают на песчаной бане в течение 2 ч, поддерживая постоянным объем жидкости периодическим добавлением воды. Раствор охлаждают и фильтруют (диаметр воронки 7,5 см). Маленькую воронку (диаметр 4 см) и стенки конической колбы ополаскивают раствором углекислого натрия с массовой концентрацией 10 г/дм³ и количественно переносят осадок на фильтр. Осадок промывают четыре раза раствором углекислого натрия с массовой концентрацией 10 г/дм³, а затем еще четыре раза водой. Воронку с фильтром и осадком вставляют в горлышко мерной колбы вместимостью 200 см³ и осторожно (используют пипетку) растворяют углекислые соли в 20 см³ горячей азотной кислоты, разбавленной 1:3. Фильтр промывают три раза водой, собирая промывные воды в мерную колбу, объем раствора доводят до метки водой

и перемешивают (полученный раствор 1 можно использовать также для определения окиси кальция по НТД).

От раствора 1 отбирают аликвотную часть объемом 10 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, объем доводят до метки водой и перемешивают (раствор 2). От полученного раствора отбирают аликвотную часть объемом 10 см³ в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 10 см³ раствора азотнокислого лантана, объем доводят до метки водой и перемешивают (раствор 3). Раствор 3 поступает на анализ.

Одновременно готовят раствор контрольного опыта. Для этого в мерную колбу вместимостью 200 см³ вводят 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3, доводят до метки водой и перемешивают.

Настраивают спектрофотометр в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией. После включения системы подачи газов и зажигания горелки распыляют в пламя воздух-ацетилен последовательно раствор контрольного опыта, растворы сравнения серии 1, растворы серии 3 двух параллельных анализируемой пробы, растворы сравнения серии 2 и измеряют оптические плотности. Измерение оптической плотности повторяют, распыляя растворы в обратной последовательности.

По полученным средним арифметическим значениям оптической плотности или высот пиков, вычисленным из двух значений, и соответствующим им концентрациям сернокислого стронция в растворах сравнения серии 1 и серии 2 строят градуировочные графики.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Из двух значений оптической плотности или высот пиков для каждого раствора концентрата и контрольного опыта находят среднее арифметическое значение.

По градуировочному графику растворов сравнения серии 1 определяют концентрацию сернокислого стронция в растворе контрольного опыта.

По градуировочному графику растворов сравнения серии 2 определяют концентрацию сернокислого стронция в растворах 3 двух параллельных навесок.

4.2. Массовую долю сернокислого стронция (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{\left(\frac{C_3 \cdot V_3 \cdot V_2}{V'' \cdot V'} - C_к\right) \cdot V_1 \cdot K}{m \cdot 10^4},$$

где C_3 — найденная концентрация сернокислого стронция в растворе 3, мкг/см³;

V_3 — объем анализируемого раствора 3, см³;

V_2 — объем анализируемого раствора 2, см³;

V'' — объем аликвотной части раствора 2, взятый для определения, см³;

V' — объем аликвотной части раствора 1, взятый для определения, см³;

V_1 — объем анализируемого раствора 1, см³;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83 п. 1.5;

$C_к$ — найденная концентрация сернокислого стронция в растворе контрольного опыта, мкг/см³;

m — масса навески пробы, г.

4.3. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2*

Массовая доля сернокислого стронция, %	Допускаемое расхождение, %
70,0	3,9
80,0	4,4
90,0	5,0
95,0	5,3

4.2; 4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru

* Табл. 1 исключена (Изм. № 1).