МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

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 № 2769**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 11894—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 6552—80	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1	ГОСТ 11884.15—82	1.2
ГОСТ 3760—79	2.1	ГОСТ 22861—93	2.1
ГОСТ 3773—72	2.1	ГОСТ 25086—87	1.3
ГОСТ 4147—74	2.1	ГОСТ 27329—87	1.1
ГОСТ 4461—77	2.1		

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 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 *Л.А. Кузнецова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 03.08.99. Подписано в печать 07.09.99. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,40.
Тираж 118 экз. С3609. Зак. 733.

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

УДК 622.346.3-15:546.815.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

Метод определения свинца

ГОСТ 11884.11—78

Tungsten concentrate.
Method of determination of lead

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовые концентраты всех марок, предусмотренных ГОСТ 213, и устанавливает полярографический метод определения содержания свинца при массовой доле его от 0,005 до 0,5 %.

Метод основан на выделении свинца совместно с гидроокисью железа из фильтрата после отделения вольфрамовой кислоты и последующем полярографическом определении на фоне ортофосфорной и хлорной кислот.

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 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:

полярограф осциллографический типа ПО-5122 или переменного тока типа ППТ-1;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации эквивалента 4 моль/дм^3 и разбавленную 1:1;

кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную 1:3;

кислоту хлорную, раствор с массовой долей 30 %;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552, разбавленную 1:3;

аммиак водный по ГОСТ 3760;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор с массовой долей 5 %, содержащий 1 % аммиака (по объему);

железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор с массовой долей 5 %;

свинец марки С0 по ГОСТ 22861;

стандартный раствор свинца, приготовленный следующим образом: 0,5 г свинца помещают в колбу вместимостью 250 см^3 и приливают 25 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:3. Раствор выпаривают до объема 2—3 см^3, охлаждают, прибавляют 5 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают почти досуха. Операцию выпаривания с 5 см^3 соляной кислоты повторяют. К остатку приливают 150 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации эквивалента 4 моль/дм^3 и нагревают до

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

растворения солей. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают той же кислотой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 1 мг свинца.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, приливают 20 см^3 азотной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают в течение 45 мин, не доводя до бурного кипения. Затем обмывают стекло над колбой 20—25 см^3 воды, отфильтровывают нерастворимый остаток на фильтр с синей лентой и промывают 4—5 раз горячей водой, подкисленной азотной кислотой.

3.2. К фильтрату прибавляют аммиак до выделения гидроокиси железа (при анализе шеелитового концентрата перед прибавлением аммиака к раствору приливают 5 см^3 раствора хлорного железа) и оставляют колбу в теплом месте до полной коагуляции осадка. Фильтруют раствор через фильтр с красной лентой и промывают осадок 5—6 раз горячим раствором хлористого аммония. Осадок смывают с развернутого фильтра горячей разбавленной 1:1 соляной кислотой в колбу, в которой производилось осаждение, и растворяют его при нагревании. Раствор выпаривают до получения влажного остатка, приливают 4 см^3 хлорной кислоты и снова выпаривают до появления паров хлорной кислоты, приливают 30—40 см^3 воды, нагревают до кипения и охлаждают. Содержимое колбы переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 28 см^3 ортофосфорной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Часть раствора заливают в электролизер и полярографируют свинец в интервале потенциалов от минус 0,2 до минус 0,7 В по отношению к ртутному аноду ($E_{1/2}$ Pb = 0,51 В).

3.3. Для приготовления стандартных растворов свинца в четыре колбы вместимостью 100 см^3 отмеривают при помощи микробюретки 0,5; 1; 2 и 4 см^3 стандартного раствора свинца, что соответствует концентрациям свинца 5; 10; 20 и 40 мг/дм^3. Растворы выпаривают до получения влажного остатка, приливают 4 см^3 хлорной кислоты, снова выпаривают до появления паров хлорной кислоты и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.2.

При работе на осциллографическом полярографе период капания ртути из капилляра 4—6 с, скорость подачи напряжения на электрическую ячейку 0,25—0,5 В/с, задержка 3—4 с.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю свинца (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot H \cdot V \cdot 100}{H_1 \cdot m \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где C — массовая концентрация свинца в стандартном растворе, мг/дм^3;

H — высота пика свинца, полученная при полярографировании испытуемого раствора, мм;

V — объем испытуемого раствора, дм^3;

H_1 — высота пика свинца, полученная при полярографировании стандартного раствора, мм;

m — масса навески концентрата, г;

1000×1000 — коэффициенты пересчета граммов на миллиграммы и литров на миллилитры.

4.2. 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 свинца, %	Допускаемое расхождение, абс, %	
	$d_{сх}$	$d_{вс}$
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,020 »	0,003	0,004
» 0,020 » 0,050 »	0,004	0,005
» 0,050 » 0,100 »	0,008	0,010
» 0,10 » 0,20 »	0,02	0,03
» 0,20 » 0,50 »	0,04	0,05
» 0,50 » 1,00 »	0,08	0,10

(Измененная редакция, Изм. № 2).

gost.e-ecolog.ru