ГОСТ 14048.1—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА

Издание официальное

БЗ 2—95/91

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Восточным научно-исследовательским горно-металлургическим институтом цветных металлов (ВНИИцветмет)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Казахстан

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (отчет № 2 от 15 апреля 1994 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Казахстан	Казглавстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 21.03.96 № 196 межгосударственный стандарт ГОСТ 14048.1—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 14048.1—71

© ИПК Издательство стандартов, 1996

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Сущность метода 1
3 Нормативные ссылки 1
4 Общие требования 2
5 Требования безопасности 3
6 Аппаратура, реактивы и растворы 3
7 Проведение анализа 4
8 Обработка результатов 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

Метод определения цинка

Zinc concentrates
Method for determination of zinc

Дата введения 1997—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на цинковые концентраты и устанавливает комплексонометрический метод определения цинка при массовой доле от 20 до 67 %.

2 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на титровании цинка трилоном Б при pH 5,6 — 5,8 в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого.

Мешающие определению свинец, железо, марганец, алюминий предварительно отделяют от цинка осаждением их труднорастворимых соединений (сульфата свинца, гидроксидов железа, марганца, алюминия); медь, кадмий и следы алюминия маскируют комплексообразователями (медь — тиосульфатом натрия, кадмий — йодидом калия, следы алюминия — фторидом аммония).

3 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—91 ГСИ. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 3117—78 Аммоний уксуснокислый. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3640—79 Цинк. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3769—78 Аммоний сернокислый. Технические условия
ГОСТ 3773—72 Аммоний хлористый. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4232—74 Калий йодистый. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4518—75 Аммоний фтористый. Технические условия
ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин — N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты. Технические условия
ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 20478—75 Аммоний надсернокислый. Технические условия
ГОСТ 22867—77 Аммоний азотнокислый. Технические условия
ГОСТ 25363—82 Концентраты цинковые. Атомно-абсорбционные методы определения золота и серебра
ГОСТ 27067—86 Аммоний роданистый. Технические условия
ГОСТ 27068—86 Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия
ГОСТ 27329—87 Руды и концентраты цветных металлов. Общие требования к методам химического анализа

4 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

4.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329.

4.2 Массовую долю цинка определяют параллельно на двух навесках. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений.

4.3 Точность анализа контролируют по стандартным образцам состава цинкового концентрата (государственным (ГСО), отраслевым (ОСО), или стандартным образцом предприятия (СОП)), разработанным и утвержденным по ГОСТ 8.315 или методом добавок не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе.

4.4 Точность анализа по стандартным образцам контролируют проведением анализа стандартного образца одновременно с анализом проб. Анализ проб считается точным, если результат анализа стандартного образца отличается от аттестованной характеристики не более чем на

$$\sqrt{\Delta_{ат}^2 + 0{,}5\,D^2},$$

где $\Delta_{ат}$ — погрешность аттестации стандартного образца;

D — допускаемое расхождение результатов анализа.

4.5 Точность анализа методом добавок контролируют по массовой доле цинка в концентрате после добавления к пробе до проведения анализа аликвотной части стандартного раствора цинка.

Добавку (объем стандартного раствора) выбирают таким образом, чтобы она составляла 30 — 100 % содержания цинка в пробе.

Найденную добавку рассчитывают как разность между содержанием цинка в пробе с добавкой ($C_{п+д}$) и результатами анализа пробы ($C_п$).

Анализ пробы считают точным, если найденная величина отличается от введенной ее величины не более чем на

$$0{,}71\sqrt{D_1^2 + D_2^2},$$

где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения двух результатов анализа для пробы и пробы с добавкой соответственно.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности — по ГОСТ 25363.

6 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

pH-метр-милливольтметр или иономер любого типа с точностью измерения не менее ± 0,05 ед. pH.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1 и 2 : 100.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1 : 1.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей 2 %.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518, раствор с массовой долей 20 %.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор с массовой долей 2 %.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор с массовой долей 20 %.

Буферный раствор pH 5,7 ± 0,1: к раствору уксуснокислого аммония с массовой долей 20 % прибавляют уксусную или соляную кислоту до pH 5,6 — 5,8; pH раствора проверяют с помощью pH-метра.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор — по НД, раствор с массовой долей 0,5 %.

Цинк не ниже марки Ц1 по ГОСТ 3640 или цинк гранулированный по НД.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,08 моль/дм^3: 29,6 г соли растворяют в воде; если раствор мутный, его фильтруют, разбавляют водой до 1 дм^3 и перемешивают.

Для установки титра раствора навеску цинка массой 0,1500 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, приливают 15 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и оставляют на теплом месте 1 — 2 ч до полного растворения цинка. Раствор разбавляют водой до 200 см^3, прибавляют 8 г сернокислого аммония, 10 см^3 раствора фтористого аммония, 5 см^3 раствора тиосульфата натрия, 1— — 2 капли раствора ксиленолового оранжевого. Раствор нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1 : 1, до появления бледно-розовой окраски. Если случайно добавлен избыток аммиака (малиновая окраска раствора), раствор нейтрализуют добавлением по каплям серной кислоты (1 : 1) до бледно-розовой окраски. Прибавляют 30 — 40 см^3 буферного раствора с pH 5,6 — 5,8 и титруют цинк раствором трилона Б до перехода окраски от малиновой в лимонно-желтую.

Титр раствора трилона Б T по цинку в г/см^3 вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V}, \qquad (1)$$

где m — масса навески цинка, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

7 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску пробы цинкового концентрата массой 0,5000 г при содержании цинка до 40 % или 0,3000 г — при содержании цинка свыше 40 % помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, смачивают водой, приливают 15 см^3 соляной кислоты и нагревают в течение 10 мин. Прибавляют 5 см^3 азотной кислоты и продолжают

нагревать до прекращения бурного выделения оксидов азота и уменьшения объема раствора до 3 — 5 см^3. Приливают 10 см^3 раствора серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и нагревают до выделения паров серной кислоты. Если раствор приобретает темную окраску из-за присутствия органических веществ, прибавляют небольшими порциями (по 20 — 50 мг) азотнокислый аммоний или осторожно, по каплям, азотную кислоту до их разрушения.

Раствор охлаждают, осторожно обмывают стенки колбы водой и повторяют выпаривание до паров серной кислоты.

Остаток охлаждают, приливают 60 — 70 см^3 воды, кипятят 5 — 10 мин до растворения растворимых сульфатов.

Раствор охлаждают в проточной воде в течение 1 ч, затем фильтруют через тампон из фильтробумажной массы или фильтр средней плотности, содержащий фильтробумажную массу, в коническую колбу вместимостью 250 см^3. Тампон (фильтр с осадком) промывают серной кислотой, разбавленной 2 : 100, до отрицательной реакции промывных вод на железо с раствором роданистого аммония.

К фильтрату добавляют аммиак до начала выпадения гидроксида железа, растворяющегося при взбалтывании, прибавляют 0,3 — 0,5 г надсернокислого аммония, доводят раствор до кипения, и кипятят 5 — 10 мин, слегка охлаждают и вновь прибавляют аммиак до полного осаждения гидроксидов и избыток 10 см^3. Раствор с осадком выдерживают при 60 — 70 °С 10 — 15 мин до коагуляции осадка и фильтруют через неплотный фильтр в коническую колбу вместимостью 500 см^3.

Колбу и осадок на фильтре промывают два-три раза горячим раствором хлористого аммония, затем осадок с неразвернутого фильтра смывают водой в колбу, в которой проводилось осаждение гидроксидов, приливают 3 — 5 см^3 серной кислоты 1 : 1, две-три капли пероксида водорода и осаждение аммиаком повторяют, как описано выше.

Осадок отфильтровывают на тот же фильтр и промывают два-три раза горячим раствором хлористого аммония, затем пять-шесть раз горячей водой.

В объединенные фильтраты опускают два-три кусочка фильтровальной бумаги (во избежание разбрызгивания) и кипятят до удаления запаха аммиака и уменьшения объема раствора до 200 см^3.

Раствор охлаждают, прибавляют 10 см^3 раствора фтористого аммония, 5 — 10 см^3 раствора тиосульфата натрия, одну-две капли индикатора ксиленолового оранжевого, 30 — 40 см^3 буферного раствора и титруют цинк трилоном Б до перехода окраски из малиново-красной в желтую.

Если проба содержит более 0,3 % кадмия, перед добавлением буферного раствора прибавляют 30 — 40 г йодистого калия.

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

8.1 Массовую долю цинка X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3;

T — титр раствора трилона Б по цинку, г/см^3;

m — масса навески концентрата, г.

8.2 Результат анализа вычисляют до третьего и округляют до второго десятичного знака.

8.3 Абсолютные значения разности результатов параллельных определений (d) и результатов двух анализов (D) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать допускаемых расхождений, указанных в таблице 1.

Таблица 1 — Допускаемые расхождения

В процентах

Массовая доля цинка	d	D
От 20,00 до 25,00 включ.	0,32	0,37
Св. 25,00 » 30,00 »	0,35	0,41
» 30,00 » 35,00 »	0,39	0,45
» 35,00 » 40,00 »	0,42	0,48
» 40,00 » 45,00 »	0,45	0,51
» 45,00 » 50,00 »	0,50	0,55
» 50,00 » 55,00 »	0,53	0,60
» 55,00 » 60,00 »	0,56	0,64
» 60,00 » 65,00 »	0,60	0,67
» 65,00	0,63	0,70

8.4 Отчет о проведении анализа должен содержать:

— данные, необходимые для характеристики пробы;

— результат анализа;

— ссылку на настоящий стандарт;

— описание любых отклонений от нормы, замеченных при проведении анализа;

— указание на проведение в процессе анализа любых операций, не предусмотренных настоящим стандартом.

УДК 622—15.546.47:547.47.001.4:006.354 ОКС 73.060 А39
ОКСТУ 1709

Ключевые слова: концентраты цинковые, методы анализа, цинк

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 25.04.96. Подписано в печать 26.06.96
Усл.печ.л. 0,70. Уч.-изд.л. 0,50. Тираж 287 экз. С 3547. Зак. 299.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва
Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru