МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЕ, КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ И АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ И ЦИНКА

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.344-15 : 543.06 : 006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

Полярографические, комплексонометрический и атомно-абсорбционный методы определения меди и цинка

ГОСТ 14047.2—78

Determination of copper and zinc by polarographic; complexometric and atomic absoption methods

ОКСТУ 1725

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на свинцовые концентраты всех марок и устанавливает полярографические и комплексонометрический методы определения массовой доли меди и цинка до 25 % каждого и атомно-абсорбционный метод определения массовой доли меди и цинка до 5 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 27329.

1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов состава свинцового концентрата, методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных по разным методикам, приведенным в настоящем стандарте, не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе.

Контроль правильности результатов анализа по стандартным образцам проводят одновременно с анализом проб путем воспроизведения содержания определяемого компонента в стандартном образце. При этом содержание определяемого компонента в стандартном образце и анализируемой пробе не должно отличаться более чем в два раза.

Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений принимают за воспроизведенное содержание определяемого компонента в стандартном образце.

Расхождения между результатами параллельных определений при анализах стандартного образца не должны превышать допускаемых.

Результаты анализа проб считаются правильными, если воспроизведенное содержание определяемого компонента в стандартном образце отличается от аттестованной характеристики не более чем на половину допускаемого расхождения между результатами параллельных определений.

Контроль правильности результатов анализа методом добавок осуществляют нахождением содержания определяемого компонента в концентрате после добавления аликвотной части стандартного раствора определяемого компонента к пробе до проведения анализа.

Величину добавки (объем стандартного раствора) выбирают таким образом, чтобы она составляла 50—100 % содержания анализируемого компонента в пробе.

Среднее арифметическое результатов параллельных определений принимают за содержание данного компонента в пробе с добавкой.

Расхождения между результатами параллельных определений в пробе с добавкой не должны превышать допускаемых.

Найденную величину добавки рассчитывают как разность между содержанием определяемого компонента в пробе ($C_{п+д}$) и результатами анализа пробы ($C_п$).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

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

Результаты анализа считаются правильными, если найденная величина добавки отличается от введенной ее величины не более чем на

$$0{,}5\sqrt{d_{\text{п}}^2 + d_{\text{п+д}}^2},$$

где $d_{\text{п}}$ и $d_{\text{п+д}}$ — допускаемые расхождения результатов параллельных определений в пробе и в пробе с добавкой.

При контроле правильности сопоставлением результатов анализа, полученных по разным методикам, приведенным в настоящем стандарте, результаты считаются правильными, если разность (по модулю) между результатами основного и контрольного методов не превышает величины

$$0{,}5\sqrt{d_1^2 + d_2^2},$$

где d_1 и d_2 — допускаемые расхождения между результатами параллельных определений основного и контрольного методов соответственно.

1.1, 1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

1.3. Допускается применение методов анализа, не уступающих по точности изложенным в настоящем стандарте.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 14047.5.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ МЕДИ до 2 % И ЦИНКА до 5 %)

Методы основаны на полярографическом определении меди и цинка на хлоридно-натриевом фоновом электролите или после отделения свинца в виде сернокислой соли на аммонийно-аммиачном фоновом электролите.

2.1. Полярографический метод на хлоридно-натриевом фоновом электролите

2.1.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Для проведения анализа применяют:

полярограф переменного тока любой марки (классическая схема) или осциллографический типа ПО-5122.

кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную 1 : 1;

кислоту соляную по ГОСТ 3118;

кислоту серную по ГОСТ 4204 и разбавленную 1 : 20;

аммоний фтористый по ГОСТ 4518;

гидразин дигидрохлорид по ГОСТ 22159;

калий бромистый по ГОСТ 4160, раствор 40 г/дм^3;

натрий фосфорноватистокислый (гипофосфит натрия) по ГОСТ 200;

натрий хлористый по ГОСТ 4233;

медь марки М0 по ГОСТ 859;

цинк по ГОСТ 3640;

хлоридный раствор; готовят следующим образом: в склянку вместимостью 2 дм^3 помещают 400 г хлористого натрия, 10 см^3 соляной кислоты, доливают водой до объема 2 дм^3 и перемешивают до растворения соли;

электролит фоновый; готовят следующим образом: в бутыль вместимостью 10 дм^3 помещают 2 кг хлористого натрия, 100 г гидразина дигидрохлорида или 50 г гипофосфита натрия, 50 см^3 соляной кислоты, доливают водой до объема 10 дм^3 и перемешивают до растворения солей;

стандартные растворы меди и цинка:

раствор А меди; готовят следующим образом: навеску меди массой 0,2000 г растворяют при нагревании в 10 см^3 разбавленной 1 : 1 азотной кислоты и выпаривают до влажной соли. Приливают

10 см³ соляной кислоты и снова и выпаривают до влажного остатка. Операцию выпаривания с соляной кислотой повторяют. К остатку приливают 200 см³ хлоридного раствора, нагревают до растворения соли, раствор охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают хлоридным раствором до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,2 мг меди;

раствор Б меди и цинка; готовят следующим образом: навески цинка массой 2,0000 г и меди массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 1 дм³, приливают 50 см³ разбавленной 1 : 1 азотной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Приливают 20 см³ соляной кислоты и снова выпаривают до влажного остатка. Операцию выпаривания с 20 см³ соляной кислоты повторяют. Далее поступают, как указано при приготовлении раствора А.

1 см³ раствора Б содержит 1 мг меди и 2 мг цинка;

растворы с известным содержанием меди и цинка; готовят следующим образом: в 10 мерных колб вместимостью по 1000 см³ отмеривают пипеткой или бюреткой, согласно табл. 1, необходимые стандартные растворы А или Б, доливают до метки фоновым электролитом и перемешивают. Содержания меди и цинка в растворах указаны в табл. 1.

Таблица 1

Количество стандартного раствора, см³		Концентрация в растворе, мг/дм³	
А	Б	меди	цинка
1	—	0,2	—
2,5	—	0,5	—
5	—	1	—
10	—	2	—
—	5	5	10
—	10	10	20
—	20	20	40
—	40	40	80
—	60	60	120

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.1.2. *Проведение анализа*

2.1.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, смачивают водой, прибавляют около 0,5 г фтористого аммония, перемешивают и растворяют при умеренном нагревании в 20 см³ соляной кислоты в течение 14—15 мин. Затем приливают 15 см³ азотной кислоты и продолжают нагревание до уменьшения объема раствора до 5—6 см³. К раствору приливают 10 см³ разбавленной 1 : 1 серной кислоты и выпаривают до обильного выделения паров серной кислоты. Для концентратов, содержащих органические вещества, при выпаривании с серной кислотой приливают по каплям азотную кислоту до просветления раствора.

Остаток охлаждают, приливают 40—45 см³ воды и содержимое колбы кипятят в течение 14—15 мин, охлаждают в проточной воде в течение 15 мин для полного осаждения сульфата свинца. Далее раствор фильтруют через плотный фильтр, содержащий фильтробумажную массу. Колбу и фильтр с осадком промывают 5—6 раз разбавленной 1 : 20 серной кислотой. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Отбирают из мерной колбы 20 см³ фильтрата в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ раствора бромистого калия и выпаривают досуха. К остатку приливают 50 см³ фонового электролита, кипятят 1 мин, охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают фоновым электролитом до метки и перемешивают.

Часть раствора заливают в электролизер и проводят полярографирование меди и цинка на осциллографическом или переменно-токовом (режим переменно-токовый) полярографе при потенциалах пиков соответственно минус 0,26 и минус 1,04 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. Одновременно проводят полярографирование растворов с известным содержанием меди и цинка и контрольного опыта. Для обработки результата анализа берут такие растворы с известным содержанием меди и цинка, которые дают пики, совпадающие в пределах 0 ± 8 % с пиками растворов концентрата.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.1.3. *Обработка результатов*

2.1.3.1. Массовую долю меди или цинка (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{H \cdot V \cdot 100}{K \cdot m \cdot 10^6},$$

где H — высота волны меди или цинка анализируемого раствора за вычетом высоты волны контрольного опыта, мм;

V — объем мерной колбы, см^3;

K — среднее значение отношений высот волн, полученных при полярографировании растворов с известным содержанием меди или цинка, к концентрации этих же растворов, $\frac{\text{мм}}{\text{мг/дм}^3}$;

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

2.1.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и допускаемое расхождение между результатами анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2 при определении меди, и в табл. 2а — при определении цинка.

%

Таблица 2

Массовая доля меди	Допускаемое расхождение между		Массовая доля меди	Допускаемое расхождение между	
	параллельными определениями	результатами анализа		параллельными определениями	результатами анализа
От 1,0 до 0,2	0,03	0,04	Св. 3 до 10	0,15	0,20
Св. 0,2 » 0,4	0,04	0,06	» 10 » 20	0,20	0,25
» 0,4 » 1	0,05	0,07	» 20 » 25	0,25	0,35
» 1 » 3	0,10	0,14			

%

Таблица 2а

Массовая доля цинка	Допускаемое расхождение между		Массовая доля цинка	Допускаемое расхождение между	
	параллельными определениями	результатами анализа		параллельными определениями	результатами анализа
От 0,2 до 0,5	0,03	0,04	Св. 3 до 7	0,25	0,30
Св. 0,5 » 1	0,06	0,08	Св. 7 » 9	0,30	0,35
» 1 » 2	0,08	0,10	» 9 » 12	0,35	0,40
» 2 » 3	0,15	0,20	» 12 » 25	0,40	0,45

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.2. Полярографический метод на аммонийно-аммиачном фоновом электролите

2.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Для проведения анализа применяют:

полярограф переменного тока любой марки (классическая схема) или осциллографический типа ПО-5122;

кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную 1 : 1;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и 5 %-ную (по объему);

кислоту серную по ГОСТ 4204 и разбавленную 1 : 20;

аммиак водный по ГОСТ 3760;

аммоний фтористый по ГОСТ 4518;

желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 20 г/дм^3 свежеприготовленный;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773;

железо треххлористое 6-водное по ГОСТ 4147, раствор 50 г/дм^3 готовят на 5 %-ной (по объему) соляной кислоте;

сульфат натрия кристаллический;

медь марки М0 по ГОСТ 859;

цинк по ГОСТ 3640;

электролит фоновый; готовят следующим образом: в бутыль вместимостью 10 $дм^3$ помещают 1 кг хлористого аммония, приливают около 5 $дм^3$ воды, 200 $см^3$ раствора желатина, 1 $дм^3$ аммиака, разбавляют до объема 10 $дм^3$ водой и перемешивают;

стандартные растворы меди и цинка:

раствор А меди; готовят следующим образом: навеску меди массой 0,2000 г растворяют при нагревании в 10 $см^3$ разбавленной 1 : 1 азотной кислоты и выпаривают до влажной соли. Приливают 10 $см^3$ соляной кислоты и снова выпаривают до влажного остатка. Операцию выпаривания с соляной кислотой повторяют. К остатку приливают 50 $см^3$ соляной кислоты, 100 $см^3$ воды, перемешивают, охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,2 мг меди;

раствор Б меди и цинка; готовят следующим образом: навески цинка массой 4,0000 г меди массой 2,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 1 $дм^3$, приливают 50 $см^3$ разбавленной 1 : 1 азотной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Приливают 20 $см^3$ соляной кислоты и снова выпаривают до влажного остатка. Далее поступают, как указано в прописи приготовления раствора А меди.

1 $см^3$ раствора Б содержит 2 мг меди и 4 мг цинка;

растворы с известным содержанием меди и цинка; готовят следующим образом: в 10 конических колб вместимостью по 750 $см^3$ отмеривают пипеткой или бюреткой согласно табл. 2 и 2а стандартные растворы А или Б, раствор хлорного железа, приливают 5 %-ную (по объему) соляную кислоту до объема 150 $см^3$, нагревают до 75—80 °С и при энергичном перемешивании приливают 450—500 $см^3$ фонового электролита. Содержимое колб охлаждают, количественно переливают в мерные колбы вместимостью 1000 $см^3$, приливают по 100 $см^3$ раствора сульфита натрия, доливают до метки фоновым электролитом и перемешивают. Растворы переливают в конические колбы вместимостью 1 $дм^3$, накрывают часовыми стеклами и выдерживают в течение 30 мин без перемешивания. Отстоявшиеся растворы осторожно сливают с осадков в чистые и сухие склянки вместимостью 1 $дм^3$ с притертыми пробками. Содержания меди и цинка в растворах указаны в табл. 3.

Таблица 3

Количество стандартного раствора, $см^3$		Количество 5 %-ных растворов, $см^3$		Концентрация в растворе, $мг/дм^3$	
А	Б	$FeCl_3$	HCl	меди	цинка
1	—	30	120	0,2	—
2,5	—	30	120	0,5	—
5	—	30	115	1	—
—	5	30	115	10	20
—	10	30	110	20	40
—	20	30	—	40	80
—	30	30	—	60	120

Растворы с известным содержанием меди и цинка применяют в течение 5—6 суток от начала приготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.2.2. *Проведение анализа*

2.2.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 0,2000—0,5000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, смачивают водой, прибавляют около 0,2 г фтористого аммония, перемешивают и растворяют при умеренном нагревании в 10 $см^3$ соляной кислоты в течение 6—7 мин. Затем приливают 5 $см^3$ азотной кислоты и продолжают выпаривать почти досуха. Приливают 5 $см^3$ соляной кислоты и снова выпаривают почти досуха. Операцию выпаривания с соляной кислотой повторяют.

К сухому остатку, содержащему до 2,5; 5; 7,5 или 10 % железа, отмеривают соответственно 2,5; 2; 1,5 или 1 $см^3$ раствора треххлористого железа, приливают до объема 15 $см^3$ 5 %-ную соляную кислоту, нагревают до температуры 75—80 °С, приливают при энергичном перемешивании аммо-

нийно-аммиачный фоновый электролит, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора сульфита натрия, доливают до метки фоновым электролитом и перемешивают.

Часть раствора без осадка заливают в электролизер и проводят полярографирование меди и цинка на осциллографическом или переменно-токовом полярографе при потенциалах пиков соответственно минус 0,52 и минус 1,44 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. Одновременно проводят полярографирование растворов с известным содержанием меди и цинка и контрольного опыта. Для подсчета результатов анализа берут такие растворы с известным содержанием меди и цинка, которые дают пики, совпадающие в пределах 0 ± 8 % с пиками растворов концентрата.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.2.3. *Обработка результатов*

2.2.3.1. Обработку результатов анализа проводят, как указано в п. 2.1.3.

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ МЕДИ свыше 2 % И ЦИНКА свыше 5 %)

Метод основан на титровании раствором трилона Б при pH 5,6—5,8 ионов меди в присутствии индикатора тетра и ионов цинка с ксиленоловым оранжевым после предварительного отделения свинца в виде сульфата, меди в виде полусернистой, железа и алюминия в виде гидроокисей; оставшиеся следы алюминия маскируют фторидом аммония (натрия).

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа применяют:

печь муфельную, обеспечивающую температуру нагрева 1000 °С;

термометр термоэлектрический хромель-алюмелевый;

тигли фарфоровые низкие по ГОСТ 9147;

кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную 1 : 1;

кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1 : 1 и 1 : 20;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1 : 1;

кислоту уксусную по ГОСТ 61;

аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1 : 1;

аммоний роданистый, 5 %-ный раствор;

аммоний сернокислый по ГОСТ 3769;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773 и раствор 20 г/дм³;

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 150 г/дм³;

аммоний фтористый по ГОСТ 4518 или натрий фтористый по ГОСТ 4463;

медь марки М0 по ГОСТ 859;

цинк марки Ц0 по ГОСТ 3640;

натрия тиосульфат кристаллический, раствор 200 г/дм³;

буферный раствор; готовят следующим образом: к раствору уксуснокислого аммония приливают уксусную кислоту до установления pH 5,6—5,8 (на 1 дм³ раствора требуется примерно 30 см³ уксусной кислоты); pH раствора проверяют с помощью pH-метра;

ксиленоловый оранжевый, 0,5 %-ный раствор;

метиловый оранжевый (пара — диметиламиноазобензолсульфокислый натрий), 0,1 %-ный раствор;

тетра (динатриевая соль бис-тетразолилазо-этилацетата), 0,2 %-ный раствор;

соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,05 М раствор; готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде. Если раствор мутный, его фильтруют, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. Титр раствора трилона Б по меди устанавливают следующим образом: навеску меди массой 0,1000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и слегка подогревают до полного растворения меди. Раствор упаривают до объема 3—5 см³, приливают 45—50 см³ воды и кипятят 2—3 мин. Далее продолжают, как описано в п. 3.2.1 при анализе проб. При установке титра раствора трилона Б по цинку поступают следующим образом: навеску цинка массой 0,0500 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и оставляют в теплом месте 1—2 ч до полного растворения цинка. Раствор разбавляют водой до объема 200 см³, прибав-

ляют около 8 г сернокислого аммония, 1—2 г фтористого аммония, 2—3 капли раствора индикатора ксиленолового оранжевого и нейтрализуют разбавленным 1 : 1 раствором аммиака до появления бледно-розовой окраски. Прибавляют 30—40 $см^3$ буферного раствора и титруют цинк 0,05 М раствором трилона Б до перехода окраски раствора из красно-фиолетовой в желтую.

Титр раствора трилона Б (T) по меди или цинку вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески меди или цинка, г;

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

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 0,5000—1,0000 г (в зависимости от содержания меди и цинка) помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, прибавляют 0,5—1 г фтористого аммония и растворяют при слабом нагревании в 15 $см^3$ соляной кислоты в течение 10—15 мин. Затем приливают 5 $см^3$ азотной кислоты и продолжают нагревание до полного разложения навески и уменьшения объема раствора до 3—5 $см^3$. К раствору приливают 10 $см^3$ разбавленной 1 : 1 серной кислоты и выпаривают его до обильного выделения белых паров серной кислоты. Остаток охлаждают, осторожно обмывают стенки колбы 5 $см^3$ соляной кислоты и повторяют выпаривание. После охлаждения приливают 70—80 $см^3$ воды и кипятят в течение 3—5 мин. Раствор с осадком охлаждают и оставляют на 1 ч, затем фильтруют через тампон из фильтробумажной массы.

Колбу и осадок на фильтре промывают сначала 3—4 раза серной кислотой, разбавленной 1 : 20, а затем 7—8 раз водой. Объем фильтрата должен быть 130—140 $см^3$.

К фильтрату (может быть использован фильтрат после отделения сульфата свинца) прибавляют 1 г хлористого аммония, нагревают до 70—80 °С, приливают аммиак до выпадения гидроокиси железа и 10 $см^3$ в избыток. Подогревают до коагуляции осадка, фильтруют через неплотный фильтр и промывают колбу и фильтр с осадком 3—4 раза раствором хлористого аммония, нагретым до 70—80 °С. Осадок смывают с фильтра водой в колбу, в которой велось осаждение гидроокисей, приливают серную кислоту, разбавленную 1 : 1, до растворения осадка и повторяют осаждение гидроокисей, как в первый раз, из объема 50—60 $см^3$. Осадок отфильтровывают на тот же фильтр и промывают его 5—6 раз раствором хлористого аммония, нагретым до 70—80 °С. Осадок может быть использован для определения содержания железа по ГОСТ 14047.8.

Объединенный фильтрат кипятят почти до полного удаления аммиака, нейтрализуют по метиловому оранжевому серной колотой, разбавленной 1 : 1, и добавляют в избыток 10 $см^3$ на объем 200—250 $см^3$. Нагревают до кипения и прибавляют 10—20 $см^3$ горячего раствора тиосульфата натрия. Содержимое колбы кипятят до полной коагуляции осадка.

Осадок полусернистой меди быстро фильтруют через неплотный фильтр и промывают 7—8 раз горячей водой. Кусочком фильтровальной бумаги с помощью стеклянной палочки с резиновым наконечником вытирают стенки колбы и присоединяют этот кусочек к осадку. Фильтрат сохраняют для определения цинка.

Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, на дно которого положен кусочек фильтровальной бумаги, сушат, озоляют и затем прокаливают в муфельной печи при температуре 500-600 °С в течение 15—20 мин при хорошем доступе воздуха.

Тигель охлаждают, осадок пересыпают (без применения кисточки) в колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают 5—10 $см^3$ горячей азотной кислоты и столько же воды.

Остатки окиси меди в тигле растворяют при нагревании в азотной кислоте. С этой целью в тигель прибавляют 3—4 $см^3$ азотной кислоты и ставят его на соответствующую колбу. Колбу с содержимым нагревают до кипения; при этом осадок в тигле полностью растворяется. Полученный раствор переливают в колбу, тигель тщательно обмывают горячей водой.

Колбу нагревают до полного растворения окиси меди, затем раствор осторожно упаривают до объема 5—10 $см^3$, приливают 45—50 $см^3$ воды, кипятят 2—3 мин.

Раствор охлаждают, нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1 : 1, до полного перехода меди в синий аммиачный комплекс. Приливают 30 $см^3$ буферного раствора с pH 5,6—5,8, разбавляют водой до 120—150 $см^3$, добавляют 4—5 капель индикатора тетра и титруют медь раствором трилона Б до перехода вишневой окраски раствора в неизменяющуюся зеленую или желто-зеленую, в зависимости от содержания меди.

Фильтрат после отделения меди охлаждают, прибавляют 1—2 г фтористого аммония или

фтористого натрия, 1—2 капли раствора ксиленолового оранжевого и нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1 : 1, до появления бледно-розовой окраски. Затем приливают 30 см³ буферного раствора с pH 5,6—5,8 и титруют цинк раствором трилона Б до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в желтую.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю меди или цинка (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

где T — титр раствора трилона Б по меди или цинку, г/см³;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески концентрата, г.

3.3.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2 при определении меди и в табл. 2а при определении цинка.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ МЕДИ И ЦИНКА до 5 %)

Метод основан на поглощении аналитических линий меди 324,8 нм и цинка 213,9 нм при введении анализируемых и градуировочных растворов в окислительное воздушно-ацетиленовое пламя.

Пробы концентрата предварительно переводят в раствор кислотным разложением.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки с источником излучения для меди и цинка;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и растворы 1 : 1 и 1 : 5;

кислоту азотную по ГОСТ 4461;

медь по ГОСТ 859;

цинк по ГОСТ 3640;

стандартные растворы;

раствор А меди; готовят следующим образом: 1,0000 г меди растворяют при нагревании в 30 см³ азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 10 см³ азотной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг меди;

раствор Б меди; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг меди;

раствор В цинка; готовят следующим образом: 1,0000 г цинка растворяют при слабом нагревании в 40 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 1 мг цинка;

раствор Г меди и цинка; готовят следующим образом: 5 см³ растворов А и В переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Г содержит по 0,05 мг меди и цинка;

раствор Д меди и цинка; готовят следующим образом: 40 см³ раствора Г переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Д содержит по 0,02 мг меди и цинка.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 0,2000 г (1,0000 г при массовой доле меди ≤ 0,05 %) помещают в стакан вместимостью 250 см³. Приливают 15 см³ (30 см³) соляной кислоты и 5 см³ (10 см³) азотной кислоты, нагревают и выпаривают досуха. Добавляют 5 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³. Доливают до метки водой и перемешивают.

При массовой доле меди и цинка более 1 % поступают следующим образом:

для определения меди аликвотную часть раствора, равную 20 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты 1 : 5, доводят до метки водой и перемешивают; для определения цинка аликвотную часть раствора, равную 10 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 25 см³ раствора соляной кислоты 1 : 5, доводят до метки водой и перемешивают.

При массовой доле меди и цинка менее 1 % для анализа используют весь раствор пробы.

Измеряют поглощение аналитических линий меди 324,8 нм и цинка 213,9 нм в окислительном пламени ацетилен-воздух в анализируемых и градуировочных растворах.

4.3. Для построения градуировочного графика в 9 мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеривают последовательно 2,0; 3,0; 5,0 и 7,5 см³ стандартного раствора Д, 6,0 и 8,0 см³ стандартного раствора Г и 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,4; 0,6; 1,0; 1,5; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 мг/дм³ меди и 0,4; 0,6; 1,0; 1,5; 3,0 и 4,0 мг/дм³ цинка (в колбах № 1—6). Добавляют в каждую колбу по 10 см³ раствора соляной кислоты 1 : 5, доливают водой до метки и перемешивают. По результатам поглощения строят градуировочный график в координатах: концентрация меди или цинка в растворе — поглощение аналитической линии меди или цинка.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю меди или цинка (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{B \cdot V}{m \cdot 10000},$$

где B — концентрация меди или цинка в растворе, найденная по градуировочному графику, мг/дм³;

V — объем мерной колбы, см³;

m — масса навески концентрата, г.

4.4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и между результатами анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать величины, указанной в табл. 2 и 2а.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   М.Г. Саюн, К.Ф. Гладышева, В.И. Лысенко, Р.Д. Коган, Р.А. Пестова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.08.78 № 2310**

3. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1153—78**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 14047.2—68**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 61—75	3.1	ГОСТ 4233—77	2.1.1
ГОСТ 200—76	2.1.1	ГОСТ 4461—77	2.1.1, 2.2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 859—78	2.1.1, 2.2.1, 3.1, 4.1	ГОСТ 4463—76	3.1
ГОСТ 3117—78	3.1	ГОСТ 4518—75	2.1.1, 2.2.1
ГОСТ 3118—77	2.1.1, 2.2.1, 3.1, 4.1	ГОСТ 9147—80	3.1
ГОСТ 3640—94	2.1.1, 2.2.1, 3.1, 4.1	ГОСТ 10652—73	3.1
ГОСТ 3760—79	2.2.1, 3.1	ГОСТ 11293—89	2.2.1
ГОСТ 3769—78	3.1	ГОСТ 14047.5—78	1а.1
ГОСТ 3773—72	2.2.1, 3.1	ГОСТ 14047.8—78	3.2.1
ГОСТ 4147—74	2.2.1	ГОСТ 22159—76	2.1.1
ГОСТ 4160—74	2.1.1	ГОСТ 27329—87	1.1
ГОСТ 4204—77	2.1.1, 2.2.1, 3.1		

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1981 г., июле 1984 г., июне 1989 г. (ИУС 5—81, 11—84, 10—89)**

Редактор *Т.С. Шеко*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.04.99. Подписано в печать 20.04.99. Усл.печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 1,20.
Тираж 129 экз. С 2645. Зак. 899.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru