УДК 622.343-15:546.683.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

Метод определения таллия

Copper concentrates.
Method for determination of thallium

ГОСТ 15934.14—80*

Взамен
ГОСТ 15934.14—70

ОКСТУ 1733

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 апреля 1980 г. № 1981 срок введения установлен

с 01.07.81

Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта № 1074 от 15.04.85 срок действия продлен

до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на медные концентраты всех марок и устанавливает экстракционно-фотоколориметрический метод определения массовой доли таллия от 0,0001 до 0,05%.

Метод основан на образовании окрашенного соединения таллия с метиловым фиолетовым после предварительного выделения сурьмы на медной фольге.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по СТ СЭВ 314—76.

1.2. Требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 2082.0—81 и ГОСТ 26100—84.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:2.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, 0,3 н. раствор и разбавленная 1:1.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (апрель 1985 г.) с Изменением № 1 утвержденным в апреле 1985 г. Пост. № 1068 от 15.04.85 (ИУС 7—85)*

gost.e-ecolog.ru

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80, разбавленная 1:4.
Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.
Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.
Толуол по ГОСТ 5789—78, перегнанный.
Бром по ГОСТ 4109—79.
Бромная вода, насыщенный раствор.
Метиловый фиолетовый, 0,2%-ный раствор.
Медь в виде фольги: кусочек фольги размером 200×25 мм сворачивают в спираль, очищают, погружая ее в разбавленную 1:2 азотную кислоту, и тщательно промывают водой.
Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, раствор 50 г/дм³.
Таллий по ГОСТ 18337—73.
Стандартные растворы таллия:
раствор А: 0,1000 г таллия растворяют в азотной кислоте. Раствор выпаривают досуха. Приливают 5—6 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха на водяной бане. Сухой остаток растворяют в разбавленной 1:1 соляной кислоте и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, где доливают его до метки той же кислотой и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,1 мг таллия;
раствор Б: отбирают пипеткой 10 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,001 мг таллия.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску медного концентрата массой 0,2—1 г (в зависимости от содержания таллия) помещают в стакан вместимостью 100 см³, смачивают водой, приливают 10 см³ соляной кислоты, 10—15 см³ азотной кислоты и нагревают до прекращения бурного выделения окислов азота.

Раствор охлаждают, прибавляют 10—15 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты и выпаривают до обильного выделения паров серной кислоты. Стенки стакана обмывают 5—7 см³ воды и снова выпаривают почти досуха. Остаток растворяют в 30 см³ 0,3 н. раствора серной кислоты, а затем прибавляют 2—3 см³ разбавленной 1:4 ортофосфорной кислоты.

В стакан помещают медную спираль, стакан накрывают часовым стеклом и раствор кипятят в течение 2 ч при слабом нагревании (объем раствора поддерживают постоянным, добавляя воду).

Затем медную спираль вынимают, обмывают водой над стаканом и фильтруют раствор в коническую колбу с широким горлом вместимостью 100 см³. Фильтр промывают 6—7 см³ 0,3 н. раствором серной кислоты. Общий объем фильтрата должен быть около 40 см³.

При содержании таллия в навеске свыше 0,015 мг фильтрат переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки 0,3 н. раствором серной кислоты. В аликвотную часть раствора или весь фильтрат (40 см³), содержащие не более 0,015 мг таллия, наливают 2—3 см³ ортофосфорной кислоты. Объем раствора доводят до 40 см³ 0,3 н. раствором серной кислоты, прибавляют 0,5 см³ раствора хлористого натрия и окисляют таллий, прибавляя по каплям бромную воду до появления стабильной желто-зеленой окраски раствора. Через 2—3 мин раствор нагревают и кипятят в течение 4—5 мин до исчезновения запаха брома. Затем раствор охлаждают, переносят в делительную воронку (объем раствора должен быть около 40 см³), прибавляют 0,5 см³ раствора метилового фиолетового и экстрагируют с 10 см³ толуола в течение 1—2 мин. Обе фазы разделяют и толуольный экстракт центрифугируют в течение 2—3 мин. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 574 нм, в кювете с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя раствора 20 мм. В качесте раствора сравнения применяют толуол.

Содержание таллия в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

3.2. Для построения градуировочного графика в семь конических колб с широким горлом вместимостью по 100 см³ микробюреткой наливают 1, 2, 5, 7, 10, 12 и 15 см³ стандартного раствора Б. Растворы разбавляют 0,3 н. раствором серной кислоты до 40 см³, прибавляют по 0,5 см³ раствора хлористого натрия и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.1.

По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям таллия строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса таллия, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем мерной колбы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески концентрата, г.

4.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать величины, приведенной в таблице.

Массовая доля таллия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	Массовая доля таллия, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
До 0,0002	0,00002	Св. 0,003 до 0,006	0,0008
Св. 0,0002 » 0,0004	0,00004	» 0,006 » 0,012	0,001
» 0,0004 » 0,0008	0,0002	» 0,012 » 0,024	0,0015
» 0,0008 » 0,0016	0,0004	» 0,024 » 0,05	0,002
» 0,0016 » 0,003	0,0006		

4.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086—81 не реже одного раза в полгода.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru