МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ И АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.344-15:546.621-31.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

Фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения оксида алюминия

ГОСТ 14047.11—78

Lead concentrates. Determination of aluminium. Photometric and atomic absorption methods

ОКСТУ 1725

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на свинцовые концентраты всех марок и устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения массовой доли оксида алюминия от 0,2 до 2 %.

При возникновении разногласий в оценке качества свинцового концентрата по показателю содержания оксида алюминия определение проводят фотометрическим методом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Разложение свинцового концентрата для определения оксида алюминия методом атомно-абсорбционной спектрометрии проводят во фторопластовой или кварцевой посуде. Для хранения стандартного и градуировочных растворов используют кварцевую или полиэтиленовую посуду.

1.3. При определении оксида алюминия методом атомно-абсорбционной спектрометрии устанавливают условия измерения (высоту пламени горелки, газовый состав пламени, ширину щели), при которых достигаются оптимальные параметры по чувствительности и правильности для соответствующего компонента и прибора.

1.2, 1.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании внутрикомплексного соединения алюминия со стильбазо в слабоуксусной среде и измерении оптической плотности окрашенного раствора при длине волны 530 нм.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;

электропечь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева до 900 °С;

тигли железные штампованные или точечные, не содержащие хром;

кислоту серную по ГОСТ 4204, раствор с $(\frac{1}{2}H_2SO_4)$ = 0,5 моль/дм^3;

кислоту аскорбиновую, раствор 5 г/дм^3;

кислоту уксусную по ГОСТ 61, раствор с (CH_3COOH) = 0,2 моль/дм^3;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

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

натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор с (CH_3COONa) = 0,2 моль/дм^3;

натрия перекись;

натрия ализаринсульфонат, раствор 1 г/дм^3;

стильбазо, раствор 0,6 г/дм^3;

ацетатный буферный раствор с pH 5,4 (проверяют по pH-метру): 145 см^3 раствора с (CH_3COOH) = = 0,2 моль/дм^3 помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят до метки раствором уксуснокислого натрия 0,2 моль/дм^3;

квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329;

стандартный раствор алюминия: 0,0932 г алюмокалиевых квасцов сплавляют с 3 г перекиси натрия в железном тигле при температуре 650—700 °С. Плав выщелачивают водой, с помощью воронки переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, разбавляют водой до метки и хорошо перемешивают. Отфильтровывают часть раствора в сухую чистую колбу.

1 см^3 фильтрата содержит 20 мкг окиси алюминия.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску свинцового концентрата массой 0,5000 г — при содержании оксида алюминия от 0,2 до 0,9 %, или 0,2000 г — при содержании от 0,5 до 2 % помещают в железный тигель, прибавляют 3 г перекиси натрия, тщательно перемешивают и сплавляют в муфельной печи при 650—700 °С. Тигель сначала ставят на край муфеля для удаления влаги из реактивов, затем переносят в горячую зону муфеля. После полного расплавления содержимого тигля его осторожно охлаждают, погружая на $^3/_4$ высоты в холодную воду. В тигель с затвердевшим, но не вполне остывшим плавом приливают небольшими порциями воду. Разложение плава протекает бурно, с обильным выделением паров, поэтому тигель накрывают часовым стеклом. Содержимое тигля смывают водой через воронку в мерную колбу вместимостью 500 см^3, куда предварительно налито 200—300 см^3 воды, разбавляют до метки водой и хорошо перемешивают. В чистую колбу отфильтровывают часть раствора, берут для анализа аликвотную часть 5 см^3 и помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3.

Приливают раствор серной кислоты 0,5 моль/дм^3 до pH 5,4. Необходимое количество серной кислоты устанавливают следующим образом: в отдельную колбу помещают аликвотную часть раствора 5 см^3, прибавляют 1 каплю раствора ализаринсульфоната натрия и титруют раствором серной кислоты 0,5 моль/дм^3 до перехода окраски из фиолетовой в красную. Количество серной кислоты, израсходованной на титрование, приливают к аликвотной части исследуемого раствора. Затем прибавляют 0,2 см^3 раствора аскорбиновой кислоты для восстановления следов железа и меди, перешедших в раствор. 5 см^3 раствора стильбазо, разбавляют ацетатным буферным раствором до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 530 нм в кюветах с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит раствор контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа.

Массовую долю оксида алюминия устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см^3 отбирают пипеткой 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 отфильтрованного стандартного раствора, что соответствует 0; 0,010; 0,020; 0,040; 0,060; 0,080 и 0,100 мг оксида алюминия. Приливают раствор серной кислоты 0,5 моль/дм^3 до pH 5,4, количество которой устанавливают титрованием отдельного аликвота. Далее поступают, как указано в п. 3.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям оксида алюминия строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot 50 \cdot 100}{5m \cdot 1000},$$

где m_1 — количество оксида алюминия в пробе, найденное по градуировочному графику, мг;

m — масса навески концентрата, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и допускаемое расхождение между результатами анализа при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать величины, указанной в таблице

%

Массовая доля оксида алюминия	Допускаемое расхождение между параллельными определениями	Допускаемое расхождение между результатами анализа
От 0,2 до 0,5	0,05	0,08
Св. 0,5 » 2	0,15	0,2

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

Метод основан на измерении поглощения линии алюминия 309,3 нм при введении анализируемых растворов концентратов и стандартных растворов в пламя закись азота-ацетилен. Пробы свинцового концентрата предварительно переводят в раствор кислотным разложением.

5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки с источником излучения для алюминия;

воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5$—$6 \cdot 10^5$ Па (5—6 атм);

ацетилен в баллонах;

стаканы фторопластовые вместимостью 200 $см^3$;

кислоту соляную по ГОСТ 3118;

кислоту азотную по ГОСТ 4461;

кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;

калий хлористый по ГОСТ 4234, раствор 100 г/$дм^3$;

бром жидкий по ГОСТ 4109;

алюминий первичный по ГОСТ 11069 марки не ниже А 95;

закись азота в баллонах;

стандартный раствор алюминия А: 0,529 г алюминия (поверхность его должна быть блестящей, неокисленной) растворяют при нагревании в 20—30 $см^3$ соляной кислоты, добавляя соляную кислоту и по несколько капель азотной кислоты до полного растворения навески. Затем раствор упаривают досуха, приливают 30—40 $см^3$ воды, 15 $см^3$ соляной кислоты, нагревают до растворения солей, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг оксида алюминия;

стандартный раствор алюминия Б: 20 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, доводят до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,1 мг оксида алюминия.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2. Проведение анализа

5.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 1,0000 г помещают во фторопластовый стакан вместимостью 200 $см^3$, приливают 30 $см^3$ смеси соляной и фтористоводородной кислот (15:1), 10 $см^3$ азотной кислоты, 1—2 $см^3$ брома, закрывают фторопластовой крышкой и оставляют на бортике плиты в течение 30 мин, затем стакан ставят на плиту. Отгоняют бром и выпаривают досуха. Приливают 10 $см^3$ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. После этого приливают по 20 $см^3$ воды и соляной кислоты, раствора нагревают до растворения солей и переводят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, добавляя 6 $см^3$ раствора хлористого калия. Параллельно проводят контрольный опыт.

Для определения алюминия анализируемые стандартные растворы распыляют в пламя закись азота-ацетилен и измеряют поглощение линии алюминия 309,3 нм. Используют два способа измерения поглощения в зависимости от модели прибора.

На спектрофотометрах, имеющих режим работы «концентрация» работают в режиме «концентрация», градуируя прибор по одному, двум или трем растворам для построения градуировочного графика, или в режиме «поглощение» методом «ограничивающих растворов» или методом «трех эталонов». На остальных приборах работают в режиме «поглощение» одним из перечисленных выше методов. При работе в режиме «концентрация» с табло прибора считывают массовую долю алюминия в мкг/$см^3$, при использовании режима «поглощение» работают с записью на самопишущем потенциометре или со снятием показания по стрелочному или цифровому прибору. Метод «ограничивающих растворов» заключается в получении отсчетов для анализируемого раствора и двух растворов для построения градуировочного графика, один из которых дает больший, а другой — меньший

отсчет по сравнению с отсчетом для анализируемого раствора. При работе в режиме «поглощение» массовую долю алюминия устанавливают по градуировочному графику.

Из анализируемого раствора можно также определить оксиды кальция и магния. Для этого необходимо при переведении пробы в мерную колбу добавить в нее 10 см^3 раствора лантана.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2.2. Готовят растворы для построения градуировочного графика, содержащие 2, 5, 10, 25, 50, 75 и 100 мкг/см^3 оксида алюминия: в каждую из семи мерных колб вместимостью 200 см^3 помещают по одной из аликвотных частей: 4, 10, 20 см^3 раствора Б и 5, 10, 15, 20 см^3 раствора А. Затем во все колбы добавляют по 15 см^3 соляной кислоты и по 6 см^3 раствора хлористого калия, доводят до метки водой и перемешивают.

5.3. Обработка результатов

5.3.1. Если измерение проводилось с записью на самопишущем потенциометре, то линейкой измеряют высоту пиков в мм и строят градуировочный график в координатах: C — массовая доля оксида алюминия в растворе в мкг/см^3 — L — высота пиков в мм.

При измерении поглощения линии алюминия по стрелочному или цифровому прибору градуировочный график строят в координатах: C — массовая доля оксида алюминия в растворе в мкг/см^3 — N — показания прибора.

5.3.2. Массовую долю оксида алюминия (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V}{m \cdot 1000} \cdot 100 ,$$

где m_1 — массовая доля оксида алюминия в растворе пробы, мкг/см^3;

m_2 — массовая доля оксида алюминия в растворе контрольного опыта, мкг/см^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы концентрата, мг;

1000 — коэффициент пересчета мг в мкг.

5.3.3. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и допускаемое расхождение между результатами анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Разд. 5. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   М.Г. Саюн, Н.А. Романенко, Р.Д. Коган, Р.А. Пестова

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

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 14047.11—71**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.1
ГОСТ 199—78	2.1
ГОСТ 3118—77	5.1
ГОСТ 4109—79	5.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 4234—77	5.1
ГОСТ 4329—77	2.1
ГОСТ 4461—77	5.1
ГОСТ 10484—78	5.1
ГОСТ 11069—74	5.1
ГОСТ 14047.5—78	1а.1
ГОСТ 27329—87	1.1

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

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ** (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июле 1984 г., июне 1989 г. (ИУС 11—84, 10—89)

Редактор *Т.С.Шеко*
Технический редактор *О.Н.Власова*
Корректор *М.С.Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 13.04.98. Подписано в печать 12.05.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,57.
Тираж 130 экз. С 2810. Зак. 386.

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

gost.e-ecolog.ru