УДК 622.346.2-15:546.815.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 2082.17—81

КОНЦЕНТРАТЫ МОЛИБДЕНОВЫЕ

Метод определения свинца

Molibdenum concentrates. Method for determination of lead content

Взамен ГОСТ 2082.12—71 в части определения свинца

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1196 срок действия установлен

с 01.01. 1982 г.
до 01.07. 1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на молибденовые концентраты и устанавливает полярографический метод определения свинца (при содержании от 0,05 до 3,0 %).

Метод основан на осаждении свинца с гидроокисью железа, с последующим растворением в разбавленной 1:1 соляной кислоте и полярографическом определении на фоне ортофосфорной и хлорной кислот.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 2082.0—81.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Полярограф осциллографический типа ПО-5122 или переменнотоковый типа ПНТ-1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 4 н. раствор.

Кислота хлорная, 30 %-ный раствор.

Кислота фосфорная орто по ГОСТ 6552—80, разбавленная 1:3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Свинец не ниже марки С0 по ГОСТ 3778—77.

gost.e-ecolog.ru

Стандартный раствор свинца; готовят следующим образом: 0,500 г свинца помещают в колбу вместимостью 250 см³ и приливают 25 см³ разбавленной 1:3 азотной кислоты. Раствор выпаривают до 2—3 см³, охлаждают, приливают 5 см³ соляной кислоты и снова выпаривают почти досуха. Операцию выпаривания с 5 см³ соляной кислоты повторяют. К остатку приливают 150 см³ 4 н. соляной кислоты и нагревают. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки той же кислотой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг свинца.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 1 г помещают в фарфоровый тигель и прокаливают в муфельной печи при температуре 280 °С в течение 25 мин. Обожженную пробу помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 20 см³ азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают до прекращения выделения окислов азота. Затем приливают 15 см³ соляной кислоты, снимают часовое стекло и раствор выпаривают до 3—5 см³. Содержимое стакана охлаждают, приливают 100 см³ воды, нагревают до растворения солей, приливают разбавленный 1:1 аммиак до полного осаждения гидроокисей и оставляют на 5—10 мин на теплой плите до полной коагуляции осадка. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 3—4 раза горячим разбавленным раствором аммиака. Осадок смывают с неразвернутого фильтра небольшим количеством воды обратно в стакан, в котором проводилось осаждение, приливают 8—10 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоты и нагревают до растворения гидроокисей. Раствор разбавляют водой до 100 см³, нагревают до 50—60 °С и снова приливают разбавленный аммиак до полного осаждения гидроокисей. Осадок отфильтровывают на фильтр и промывают 2—3 раза горячим разбавленным раствором аммиака. Фильтрат отбрасывают. Осадок растворяют на фильтре горячим разбавленным 1:1 раствором соляной кислоты, собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение. Промывают фильтр несколько раз горячей водой. Раствор выпаривают до влажных солей, затем приливают 5 см³ хлорной кислоты и выпаривают до паров. Охлаждают, приливают 30—40 см³ воды, нагревают до растворения солей. Охлаждают, приливают 25 см³ раствора ортофосфорной кислоты. Переливают раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки водой, перемешивают и через 15 мин полярографируют свинец в интервале потенциалов от минус 0,2 до минус 0,7 В по отношению к донной ртути $E_{1/2}^{Pb} = -0{,}5$ В.

3.2. Для приготовления стандартных растворов свинца в семь колб вместимостью по 100 см³ микробюреткой отмеривают 0,5; 1;

4; 10; 15; 20; 30 см³ стандартного раствора свинца, что соответствует концентрации свинца 5, 10, 40, 100, 150, 200, 300 мг/дм³. Упаривают раствор до влажных солей, приливают по 5 см³ хлорной кислоты, нагревают до паров и далее поступают, как указано в п. 3.1.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где C — концентрации свинца в стандартном растворе, мг/дм³;

H — высота волны свинца в испытуемом растворе, мм;

m — масса навески концентрата, г;

V — объем испытуемого раствора, см³.

H_1 — высота волны свинца в стандартном растворе, мм.

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

Массовая доля свинца, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,05 до 0,2	0,02
» 0,2 » 0,4	0,04
» 0,4 » 0,8	0,08
» 0,8 » 1,6	0,15
» 1,6 » 3,0	0,30

Изменение № 1 ГОСТ 2082.17—81 Концентраты молибденовые. Метод определения свинца

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.12.86 № 3888 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1741.

(Продолжение см. с. 64)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.17—81)

Раздел 2. Третий абзац. Заменить слова: «4 н. раствор» на «раствор 4 моль/дм³»;

восьмой абзац. Заменить слова: «4 н. соляной кислоты» на «раствора соляной кислоты 4 моль/дм³».

(ИУС № 3 1987 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 2082.17—81 Концентраты молибденовые. Метод определения свинца

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 04.10.91 № 1594

Дата введения 01.05.92

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слова: «при содержании» на «при массовой доле».

Раздел 2. Четвертый абзац. Заменить слова: «30 %-ный раствор» на «раствор 300 г/дм³».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_{0,95}$) и воспроизводимости (D), приведенных в таблице.

(Продолжение см. с. 30)

Массовая доля свинца, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ($d_{сх}$)	анализов (D)
От 0,05 до 0,20 включ.	0,02	0,04
Св. 0,20 » 0,40 »	0,04	0,06
» 0,40 » 0,80 »	0,08	0,12
» 0,80 » 1,60 »	0,15	0,20
» 1,60 » 3,00 »	0,30	0,32

(ИУС № 1 1992 г.)

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 2082.0—81 Концентраты молибденовые. Общие требования к методам химического анализа 1
ГОСТ 2082.1—81 Концентраты молибденовые. Метод определения влаги 6
ГОСТ 2082.2—81 Концентраты молибденовые. Метод определения суммы влаги и масла 8
ГОСТ 2082.3—81 Концентраты молибденовые. Метод определения молибдена 10
ГОСТ 2082.4—81 Концентраты молибденовые. Методы определения двуокиси кремния 19
ГОСТ 2082.5—81 Концентраты молибденовые. Методы определения мышьяка 24
ГОСТ 2082.6—81 Концентраты молибденовые. Метод определения олова 31
ГОСТ 2082.7—81 Концентраты молибденовые. Метод определения фосфора 35
ГОСТ 2082.8—81 Концентраты молибденовые. Методы определения меди 38
ГОСТ 2082.9—81 Концентраты молибденовые. Метод определения натрия и калия 45
ГОСТ 2082.10—81 Концентраты молибденовые. Метод определения вольфрамового ангидрида 48
ГОСТ 2082.11—81 Концентраты молибденовые. Метод определения сурьмы 52
ГОСТ 2082.12—81 Концентраты молибденовые. Метод определения цинка 56
ГОСТ 2082.13—81 Концентраты молибденовые. Методы определения железа 59
ГОСТ 2082.14—81 Концентраты молибденовые. Метод определения висмута 64
ГОСТ 2082.15—81 Концентраты молибденовые. Методы определения углерода 68
ГОСТ 2082.16—81 Концентраты молибденовые. Метод определения рения 76
ГОСТ 2082.17—81 Концентраты молибденовые. Метод определения свинца 79

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *Н. П. Замолодчикова*
Корректор *А. Г. Старостин*

Сдано в наб. 27.04.81 Подп. в печ. 30.06.81 5,25 п. л. 5,0 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 25 коп.

Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3.
Типография стандартов, ул. Московская, 256 Зак. 1176

gost.e-ecolog.ru