ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57531— 2017

ПЫЛИ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

Метод измерений массовой доли свинца

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 503 «Медь»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 11 июля 2017 г. № 681-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Характеристики показателей точности измерений 2
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и растворы 2
5 Метод измерений 3
6 Подготовка к выполнению измерений 3
7 Порядок выполнения измерений 4
8 Обработка результатов измерений 5
Библиография 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЫЛИ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

Метод измерений массовой доли свинца

Dusts of non-ferrous metallurgy enterprises. Method of lead mass content measuring

Дата введения — 2018—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пыли металлургических предприятий цветной металлургии с массовой долей бария менее 0,5 % и устанавливает трилонометрический метод измерений массовой доли свинца в диапазоне от 1,00 % до 60,0 %.

Общие требования к методам измерений и требования безопасности при выполнении измерений, контролю точности результатов измерений — по ГОСТ 32221, ГОСТ Р 53198, отбор и подготовка проб для измерений — по нормативным документам на конкретную продукцию.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3117 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3778 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4160 Реактивы. Калий бромистый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4518 Реактивы. Аммоний фтористый. Технические условия

ГОСТ 5841 Реактивы. Гидразин сернокислый

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 19908 Тигли, чашки, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 22867 Реактивы. Аммоний азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27067 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Издание официальное

ГОСТ 32221 Концентраты медные. Методы анализа

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53198 Руды и концентраты цветных металлов. Общие требования к методам анализа

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Характеристики показателей точности измерений

Точность измерений массовой доли свинца соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли свинца при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли свинца	Показатель точности ±Δ	Предел (абсолютное значение)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 1,00 до 3,50 включ.	0,23	0,10	0,33
Св. 3,50 » 5,00 »	0,39	0,37	0,55
» 5,00 » 10,00 »	0,41	0,39	0,59
» 10,0 » 20,0 »	0,6	0,6	0,9
» 20,0 » 30,0 »	1,0	1,0	1,5
» 30,0 » 40,0 »	1,4	1,4	2,0
» 40,00 » 60,00 »	2,0	2,0	3,0

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- весы с наибольшим пределом взвешивания 200 г специального класса точности по ГОСТ Р 53228 с дискретностью 0,0001 г;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева не менее 350 °С;
- pH-метр любого типа;
- колбы Кн-2-250-19/26 ТХС, Кн-2000-45/40 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы мерные 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В (Н)-1-250 (400) ТХС, В-1-1000 ТХС по ГОСТ 25336;
- бюретки по ГОСТ 29251;
- стекла часовые;

- палочки стеклянные;
- крышки (чашки) фарфоровые по ГОСТ 9147;
- воронки конические по ГОСТ 19908.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709 или воду для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную 1:1;
- кислоту серную по ГОСТ 4204 и разбавленную 2:98;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- аммоний фтористый по ГОСТ 4518;
- аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867;
- аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117;
- кислоту уксусную по ГОСТ 61;
- гидразин сернокислый по ГОСТ 5841;
- калий бромистый по ГОСТ4160;
- буферный раствор pH 5,4—5,9;
- аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор массовой концентрации 100 г/дм^3;
- фильтры обеззоленные по [2] или аналогичные;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;
- свинец по ГОСТ 3778 не ниже марки С1;
- соль динатриевую этилендиамин -N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водную (трилон Б, комплексон III) по ГОСТ 10652; растворы молярных концентраций 0,025 моль/дм^3, 0,010 моль/дм^3;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233;
- ксиленоловый оранжевый индикатор по [3], раствор массовой концентрации 5 г/дм^3, смесь с хлористым натрием в соотношении 1:100, хорошо растертая.

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в методике измерений.

5 Метод измерений

Метод основан на титровании свинца раствором комплексона III (трилона Б) при pH от 5,4 до 5,9 с индикатором ксиленоловым оранжевым после предварительного выделения свинца в виде сульфата свинца.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Приготовление растворов трилона Б с молярной концентрацией 0,025 моль/дм^3, 0,010 моль/дм^3

При приготовлении раствора 2-водной динатриевой соли этилендиамина -N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты (трилона Б, комплексона III) молярной концентрации 0,025 моль/дм^3 навеску соли массой 9,3 г растворяют в 250 см^3 воды при нагревании, фильтруют через фильтр «красная лента» в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Срок хранения — 1 год.

При приготовлении раствора 2-водной динатриевой соли этилендиамина -N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты (трилона Б, комплексона III) молярной концентрации 0,010 моль/дм^3 навеску соли массой 3,70 г растворяют в 250 см^3 воды при нагревании, фильтруют через фильтр «красная лента» в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Срок хранения — 1 год.

6.2 Приготовление раствора свинца

При приготовлении раствора свинца массовой концентрации 0,005 г/см^3 навеску свинца массой 2,500 г помещают в колбу вместимостью 250 см^3, приливают 25 см^3 азотной кислоты, разбавленной

1:1, и растворяют при нагревании до температуры от 40 °С до 60 °С до полного растворения свинца. Раствор охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

6.3 Приготовление буферного раствора

При приготовлении буферного раствора с уровнем pH от 5,4 до 5,9 150 г уксуснокислого аммония помещают в колбу вместимостью 2000 см^3, приливают уксусную кислоту до получения необходимого значения pH (на 1 дм^3 раствора требуется примерно 30 см^3 ледяной уксусной кислоты), pH раствора проверяют с помощью pH-метра. При необходимости корректируют pH добавлением аммиака или соляной кислоты. Срок хранения раствора — 3 месяца.

6.4 Установление массовых концентраций 0,025 и 0,010 моль/дм^3 растворов трилона Б для титрования свинца

При установлении массовых концентраций 0,025 и 0,010 моль/дм^3 растворов трилона Б в стакан вместимостью 250 см^3 приливают 20(10) см^3 раствора свинца массовой концентрации 0,005 г/см^3, приливают 10 см^3 серной кислоты и выпаривают раствор при нагревании до густых паров серной кислоты. Раствор охлаждают, осторожно ополаскивают стенки колбы водой и повторяют выпаривание до выделения паров серной кислоты.

Раствор охлаждают, приливают от 70 до 90 см^3 воды, накрывают часовым стеклом или фарфоровой крышкой (чашкой), нагревают до кипения, кипятят под стеклом в течение от 7 до 10 мин. Затем раствор охлаждают в проточной воде в течение от 1 до 2 ч (можно оставить до следующего дня).

Отфильтровывают осадок на плотный фильтр «синяя лента», в конус которого вложено немного фильтробумажной массы, затем промывают 5—6 раз раствором серной кислоты, разбавленной 2:98, и два раза холодной водой.

Фильтр с осадком помещают в стакан, в котором проводили осаждение сульфата свинца, приливают от 30 до 60 см^3 буферного раствора, разворачивают фильтр стеклянной палочкой, накрывают стакан часовым стеклом и нагревают в течение 20—25 мин при температуре от 40 °С до 80 °С до растворения осадка сульфата свинца (во время нагревания содержимое колбы часто перемешивают). Затем приливают к раствору горячей воды до объема от 100 до 120 см^3, перемешивая раствор, и нагревают почти до кипения. Раствор охлаждают, добавляют от 0,05 до 0,1 г смеси индикатора с хлористым натрием или 2—3 капли его раствора и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из фиолетовой в желтую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (комплексона III), выраженную в граммах свинца на 1 см^3 раствора, C, г/см^3, вычисляют по формуле

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

где m — масса навески свинца в растворе, г;

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

Примечание — Допускается массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливать по цинку с последующим пересчетом цинка на свинец.

6.5 При приготовлении раствора роданистого аммония массовой концентрации 100 г/дм^3 навеску соли массой 100 г растворяют в воде, доливают объем раствора до 1000 см^3 при перемешивании. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

7 Порядок выполнения измерений

Через все стадии измерений проводят холостой опыт на загрязнение реактивов.

Навеску пробы пыли, взятой с точностью до четвертого десятичного знака после запятой, в зависимости от массовой доли свинца (таблица 2) помещают в стакан вместимостью 250 (400) см^3, приливают от 10 до 15 см^3 соляной кислоты, прибавляют от 0,5 до 1 г фтористого аммония и выпаривают раствор при нагревании досуха, не перекаливая остаток.

Прибавляют 0,5 г сернокислого гидразина и 0,1 г бромистого калия, приливают 10 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают до получения сухого остатка. Затем приливают от 10 до 15 см^3 азотной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом или фарфоровой крышкой (чашкой), оставляют без на-

гревания до прекращения выделения оксидов азота, выпаривают при нагревании до сиропообразного состояния. Приливают 10 см^3 соляной кислоты и упаривают до влажного остатка. Охлаждают, приливают 10 см^3 серной кислоты и выпаривают раствор до густых паров серной кислоты.

Таблица 2 — Рекомендуемая масса навески пробы и концентрация раствора трилона Б

Масса пробы, г	Диапазон массовой доли свинца, %	Рекомендуемая концентрация раствора трилона Б, моль/дм^3
0,2	30—60	0,025
0,25	20—50	0,025
0,5	10—20	0,025
	3—10	0,010
1,0	1—5	0,010

Если раствор приобретает темную окраску и/или в растворе остаются корольки серы черного цвета, то для их окисления, в момент выделения паров серной кислоты, прибавляют по каплям азотную кислоту или небольшими порциями прибавляют от 0,02 до 0,05 г азотнокислого аммония до обесцвечивания раствора.

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

Затем приливают от 20 до 30 см^3 воды и кипятят в течение от 15 до 20 мин, приливают еще от 60 до 70 см^3 воды и снова кипятят в течение 4—5 мин. Раствор охлаждают в проточной воде в течение 1—2 ч или оставляют до следующего дня.

Отфильтровывают осадок сернокислого свинца на плотный фильтр «синяя лента», в конус которого вложено немного фильтробумажной массы, промывают 5—6 раз серной кислотой, разбавленной 2:98, затем 7—8 раз холодной водой до отрицательной реакции на трехвалентное железо (капельная реакция с роданистым аммонием). В фильтрате возможно определение массовой доли железа, меди и цинка.

Фильтр с осадком переносят в стакан, в котором проводилось осаждение, и далее продолжают анализ, как описано в 6.4.

8 Обработка результатов измерений

8.1 Массовую долю свинца X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{CV}{m}100, \qquad (2)$$

где C — массовая концентрация трилона Б, г/см^3;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, с учетом холостого опыта см^3,

m — масса навески пробы, г.

8.2 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) предела повторяемости r, приведенных в таблице 1.

Если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2.1).

8.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 1. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.3).

Библиография

[1] Технические условия ТУ 4389-001-4330709—2008 — Плита нагревательная стеклокерамическая встраиваемая LOIP LH-304

[2] Технические условия ТУ 2642-001-45235143—2011 — Фильтры бумажные лабораторные

[3] Технические условия ТУ 6-09-1509—78 — Ксиленоловый оранжевый, индикатор, чистый для анализа

УДК 622.343—15:546.77.06:006.354 ОКС 73.060.99

Ключевые слова: пыли металлургических предприятий цветной металлургии, метод измерений массовой доли свинца, раствор, градуировочный график, диапазон измерений, показатель точности

БЗ 8—2017/248

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 20.07.2017. Подписано в печать 27.07.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 26 экз. Зак. 1222.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ». 123001 Москва. Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru