УДК 622.34—15.001.4:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТ ВИСМУТОВЫЙ

Атомно-абсорбционный метод определения серебра

Bismuth concentrate.
Atomic absorption method for determination of silver

ГОСТ 28407.6—89

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.91 до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на висмутовые концентраты всех марок и устанавливает атомно-абсорционный метод определения массовой доли серебра от 10 до 2500 г/т.

Метод основан на измерении поглощения резонансного излучения серебра в воздушно-пропан-бутановом пламени или пламени ацетилен-воздух при распылении в него анализируемых и градуировочных растворов.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28407.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5$—$6 \cdot 10^5$ Па (2—6 атм), в зависимости от используемой аппаратуры.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Буган-пропан в баллонах.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 и 1:3.

Смесь азотной и соляной кислот в отношении 1:3.

Серебро марки Ср 999 по ГОСТ 6836.

Бром по ГОСТ 4109.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Ртуть (I) азотнокислая по ГОСТ 4521.

Стандартные растворы серебра.

gost.e-ecolog.ru

Раствор А: 0,1000 г серебра помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в 25 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 20—30 мг азотнокислой ртути, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 1 мг серебра.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки соляной кислотой, разбавленной 1:1, и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг серебра.

Раствор В: 10 см³ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки соляной кислотой, разбавленной 1:3, и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг серебра.

Градуировочные растворы; готовят следующим образом: в мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой согласно табл. 1 стандартные растворы Б и В серебра, приливают соляную кислоту, разбавляют водой до метки и перемешивают. Концентрации растворов указаны в табл. 1.

Таблица 1

Количество стандартного раствора, см³		Количество соляной кислоты, см³	Концентрация серебра в растворе, мкг/см³
Б	В		
—	2,0	10	0,2
—	5,0	10	0,5
1,0	—	10	1,0
5,0	—	8	5,0
10,0	—	5	10,0
15,0	—	3	15,0

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску висмутового концентрата массой 2,000 г при массовой доле серебра менее 100 г/т и 1,000 г при массовой доле свыше 100 г/т помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ азотной кислоты и 2—3 см³ брома, накрывают часовым стеклом или стеклянным шариком и оставляют на теплом месте на 40—60 мин.

Допускается вместо брома использовать бромистый калий; в этом случае к навеске пробы добавляют около 1 г бромистого калия, перемешивают, приливают 31 см³ азотной кислоты и далее продолжают, как описано выше.

Раствор выпаривают до влажных солей, приливают 30 см³ смеси соляной и азотной кислот, вновь накрывают часовым стек-

лом или стеклянным шариком и нагревают в течение 1,5—2 ч. Колбу открывают и раствор выпаривают до влажных солей. Приливают 5 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают до влажных солей. Обработку с соляной кислотой повторяют еще раз. Приливают 12 см³ соляной кислоты, 20 см³ воды и кипятят в течение 3—5 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Если проба содержит более 1500 г/т серебра, отбирают аликвотную часть раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты, разбавляют до метки водой и перемешивают. Степень разбавления учитывают при подсчете результата анализа.

Анализируемый и градуировочный растворы распыляют в пламя ацетилен-воздух или бутан-пропан-воздух и измеряют атомную абсорбцию серебра при длине волны 328,0 нм.

Условия измерения подбирают в зависимости от используемого прибора. На спектрофотометрах, имеющих режим работы «концентрация», работают в этом режиме, получая результаты на табло в мкг/см³. На спектрофотометрах, имеющих режим работы «поглощение», работают по градуировочному графику, построенному в координатах «концентрация серебра, мкг/см³ — поглощение», или, если измерения проводились с записью на самопишущем потенциометре, — «концентрация серебра, мкг/см³ — длина пиков, мм»; при работе со стрелочными приборами градуировочный график строят в координатах «концентрация серебра, мкг/см³ — показания стрелочного прибора».

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю серебра (X) в г/т вычисляют по формуле

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

где m_1 — концентрация определяемого элемента в анализируемом растворе пробы, мкг/см³, найденная по градуировочному графику или полученная другими способами по разд. 3;

V — вместимость мерной колбы для разбавления, см³;

m — масса навески пробы, г.

4.2. Результаты вычислений округляют до первого десятичного знака при массовой доле серебра до 100 г/т и до целого числа при массовой доле серебра свыше 100 г/т.

4.3. Разность между результатами параллельных определений и двух анализов не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля серебра, г/т	Допускаемое расхождение результатов параллельных определений и результатов анализов, г/т
От 10,0 до 20,0 включ.	4,0
Св. 20,0 » 30,0 »	6,0
» 30,0 » 70,0 »	12,0
» 70,0 » 150 »	18,0
» 150 » 300 »	25
» 300 » 500 »	30
» 500 » 1000 »	50
» 1000 » 2000 »	70
» 2000	80

4.4. Контроль правильности результатов анализа — по ГОСТ 28407.0

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Л. Е. Вохрышева, канд. хим. наук; **Т. И. Трещеткина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПОСТАНОВЛЕНИЕМ Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 25.12.89 № 4091**

3. **Срок первой проверки — 1995 г.**
   Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВЗАМЕН ОСТ 48—136.7—78**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4109—79	2
ГОСТ 4160—74	2
ГОСТ 4461—77	2
[illegible]	2
[illegible]	2
ГОСТ 6836—80	2

gost.e-ecolog.ru