УДК 622.34—15.001.4:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТ ВИСМУТОВЫЙ

Атомно-абсорбционный метод определения висмута, свинца и меди

Bismuth concentrate.
Atomic absorption method for determination of bismuth, lead and copper

ГОСТ 28407.5—89

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на висмутовые концентраты всех марок и устанавливают атомно-абсорбционный метод определения массовых долей висмута и меди от 0,2 до 5%, свинца — от 0,2 до 3%.

Метод основан на измерении поглощения резонансного излучения линии определяемого элемента 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.

Бутан-пропан в баллонах.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 : 2.

Смесь азотной и соляной кислот в отношении 1 : 3.

Висмут марки Ви00 по ГОСТ 10928.

Свинец марки С0 по ГОСТ 3778.

Медь марки М0 по ГОСТ 859.

Бром по ГОСТ 4109.

gost.e-ecolog.ru

Стандартный раствор А: 1,0000 г висмута растворяют при нагревании в 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 1 мг висмута.

Стандартный раствор Б: 1,0000 г свинца растворяют при нагревании в 40 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 3, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 1 мг свинца.

Стандартный раствор В: 1,0000 г меди помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 20—25 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. Раствор выпаривают досуха, приливают 20 см³ соляной кислоты, нагревают до растворения соли, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора В содержит 1 мг меди.

Стандартный раствор Г: в мерную колбу вместимостью 200 см³ отмеривают пипеткой по 20 см³ стандартных растворов А, Б и В, приливают 15 см³ соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора Г содержит по 0,1 мг висмута, свинца и меди.

Градуировочные растворы; готовят следующим образом: в мерные колбы вместимостью 200 см³ отмеривают пипеткой согласно табл. 1 стандартные растворы А, Б, В, Г висмута, свинца и меди.

Приливают по 15 см³ соляной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают. Концентрации растворов указаны в табл. 1.

Таблица 1

Количество стандартного раствора		Концентрация в растворе висмута, свинца и меди, мкг/см³
А, Б, В, см³ (каждого)	Г, см³	
—	10,0	5
—	20,0	10
4,0	—	20
6,0	—	30
8,0	—	40
10,0	—	50
15,0	—	75

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску висмутового концентрата массой 0,5000 г при массовой доле висмута, свинца и меди менее 2% и 0,2000 г при массо-

вой доле их свыше 2% помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10—15 см³ смеси азотной и соляной кислот, нагревают и выпаривают до влажных солей. Если в пробе во время разложения замечена элементарная сера, то пробу не выпаривают, а снимают с плиты, охлаждают, приливают 2—3 см³ брома, закрывают колбу стеклянным шариком и дают постоять на теплом бортике плиты 20—30 мин. Затем нагревают и выпаривают до влажных солей, приливают 5 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают до влажных солей. Выпаривание с соляной кислотой повторяют дважды. К остатку приливают 20 см³ соляной кислоты, 20 см³ воды и нагревают до кипения. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Анализируемый и градуировочные растворы распыляют в пламя бутан-пропан-воздух или ацетилен-воздух и измеряют атомную абсорбцию висмута, свинца и меди при длинах волн 223,1, 283,3 и 324,7 нм соответственно.

Условия измерения подбирают в зависимости от типа используемого прибора. На приборах, имеющих режим работы «концентрация», работают в этом режиме, получая на табло результаты в мкг/см³. Если приборы работают в режиме «поглощение», то для определения концентрации висмута, свинца и меди используют градуировочный график или метод «ограничивающих растворов». Метод «ограничивающих растворов» заключается в получении отсчетов для раствора пробы и двух градуировочных, один из которых дает меньший, а другой — больший отсчет по сравнению с отсчетом для раствора пробы.

Если измерение проводят с записью на самопишущем потенциометре, то линейкой измеряют длину пиков в миллиметрах и строят градуировочный график в координатах: «концентрация определяемого элемента в растворе в мкг/см³ — длина пика в мм». При измерении величины поглощения линии определяемого элемента по стрелочному прибору градуировочный график строят в координатах: «концентрация определяемого элемента, мкг/см³ — показания стрелочного прибора».

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

V — вместимость мерной колбы для разбавления раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы, г.

4.2. Разность между результатами параллельных определений и двух анализов не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2—4.

Таблица 2

Массовая доля висмута, %	Допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализов
От 0,20 до 0,40 включ.	0,04	0,05
Св. 0,40 » 0,60 »	0,06	0,07
» 0,60 » 0,80 »	0,08	0,10
» 0,80 » 1,00 »	0,10	0,12
» 1,00 » 1,50 »	0,13	0,16
» 1,50 » 2,00 »	0,15	0,18
» 2,00 » 2,50 »	0,17	0,20
» 2,50 » 3,00 »	0,20	0,24
» 3,00 » 3,50 »	0,22	0,26
» 3,50 » 4,00 »	0,25	0,30
» 4,00 » 4,50 »	0,27	0,32
» 4,50 » 5,00 »	0,30	0,36

Таблица 3

Массовая доля свинца, %	Допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализов
От 0,20 до 0,40 включ.	0,04	0,05
Св. 0,40 » 0,60 »	0,05	0,06
» 0,60 » 0,80 »	0,08	0,10
» 0,80 » 1,00 »	0,10	0,12
» 1,00 » 1,60 »	0,14	0,17
» 1,60 » 1,80 »	0,16	0,19
» 1,80 » 2,00 »	0,17	0,20
» 2,00 » 2,50 »	0,20	0,24
» 2,50 » 3,00 »	0,22	0,26

Таблица 4

Массовая доля меди, %	Допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализов
От 0,20 до 0,40 включ.	0,04	0,05
Св. 0,40 » 1,00 »	0,05	0,06
» 1,00 » 1,60 »	0,07	0,08
» 1,60 » 2,00 »	0,08	0,10
» 2,00 » 2,50 »	0,09	0,11
» 2,50 » 3,00 »	0,10	0,12
» 3,00 » 3,50 »	0,11	0,13
» 3,50 » 4,00 »	0,12	0,14
» 4,00 » 5,00 »	0,13	0,16

4.3. 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—136.5—78**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 859—78	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3778—77	2
ГОСТ 4109—79	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 5457—75	2
ГОСТ 10928—75	2

gost.e-ecolog.ru