УДК 622.34—15.001.4:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТ ВИСМУТОВЫЙ

Методы определения свинца

Bismuth concentrate.
Methods for determination of lead

ГОСТ
28407.2—89

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на висмутовые концентраты всех марок и устанавливает полярографический и комплексонометрический методы определения массовой доли свинца от 0,2 до 3%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28407.0.

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ СВИНЦА ОТ 0,2 ДО 3%)

Метод основан на полярографическом определении свинца на фоне соляной кислоты при потенциале полуволны минус 0,45 В по отношению к насыщенному каломельному электроду.

2.1. Аппаратура, реактивы, растворы

Полярограф.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1 : 3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1 : 1.

Желатина пищевая по ГОСТ 11293 или клей костный по ГОСТ 2067, раствор с массовой долей 0,2%.

Свинец марки С0 по ГОСТ 3778.

Стандартный раствор свинца: навеску мелко нарезанного свинца массой 1,0000 г помещают в стакан вместимостью 1 дм^3, растворяют при нагревании в 30 см^3 азотной кислоты, разбавленной

gost.e-ecolog.ru

Перепечатка воспрещена

1 : 3, и выпаривают досуха; приливают 10 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Выпаривание с 10 см³ соляной кислоты повторяют еще два раза. К сухому остатку приливают 200—300 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагревают до растворения солей, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют до метки соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 1 мг свинца.

Растворы сравнения свинца: в мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 1,5; 3,0; 5,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного раствора свинца, прибавляют до объема 50 см³ раствор соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, разбавляют водой до метки и перемешивают. Растворы содержат 15, 30, 50, 80, 100 мг/дм³ свинца соответственно. При необходимости могут быть приготовлены растворы с промежуточными концентрациями свинца.

2.3. **Проведение анализа**

Навеску висмутового концентрата массой 0,5000 г при массовой доле свинца до 1% и 0,2000 г при массовой доле свинца свыше 1% помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 5 см³ азотной кислоты, нагревают и выпаривают почти досуха. Приливают 5 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Выпаривание с 5 см³ соляной кислоты повторяют 2—3 раза. Затем приливают 25 см³ соляной кислоты, раствор нагревают до растворения солей, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Часть осветленного раствора (20 см³) наливают в стаканчик вместимостью 50 см³, прибавляют около 0,1 г аскорбиновой кислоты, перемешивают и оставляют на 10—15 мин для восстановления железа (обесцвечивание раствора).

При полярографировании в режиме полярографии постоянного тока за 5 мин до полярографирования к раствору прибавляют 5 капель раствора желатины или 12 капель раствора клея.

При полярографировании в режиме осциллографической и переменнотоковой полярографии добавлять клей или желатину не требуется.

Раствор заливают в электролизер и проводят полярографирование свинца при потенциале полуволны (пика) около минус 0,45 В по отношению к донной ртути или насыщенному коломельному электроду.

В аналогичных условиях проводят полярографирование растворов сравнения свинца.

С целью уменьшения погрешности анализа выбирают такие растворы сравнения, чтобы высоты волн (пиков) свинца в них в пределах 0—8% совпадали с высотами волн (пиков) свинца в анализируемых растворах.

2.4. **Обработка результатов**

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

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

где H — высота волны свинца в растворе пробы, мм;

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

K — среднее отношение высот волн свинца в растворах сравнения к концентрациям этих же растворов, мм · $дм^3$/мг;

m — масса навески пробы, г.

2.4.2. Разность между результатами параллельных определений и двух анализов не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля свинца, %	Допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализов
От 0,20 до 0,40 включ.	0,03	0,04
Св. 0,40 » 0,60 »	0,04	0,05
» 0,60 » 0,80 »	0,06	0,08
» 0,80 » 1,00 »	0,08	0,10
» 1,00 » 2,00 »	0,13	0,17
» 2,00 » 3,00 »	0,16	0,22

2.4.3. Контроль правильности результатов анализа — по ГОСТ 28407.0.

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ СВИНЦА ОТ 1 ДО 3%)

Метод основан на титровании свинца раствором трилона Б при pH 5,4—5,9 после предварительного отделения его в виде сульфата с индикатором ксиленоловым оранжевым.

3.1. **Реактивы и растворы**

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1 : 3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1 и 1 : 20.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор с массовой долей 15%.

Буферный раствор с pH 5,4—5,9: к раствору уксуснокислого аммония приливают уксусную кислоту до получения нужного значения pH (на 1 дм³ требуется примерно 20—30 см³ уксусной кислоты).

Свинец марки С0 по ГОСТ 3778.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652: 4,6 г соли растворяют в воде, разбавляют до 1 дм³ и перемешивают.

Титр раствора по свинцу устанавливают следующим образом: навеску свинца массой 0,0500 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 15—20 см³ раствора азотной кислоты, разбавленной 1:3, нагревают до полного растворения свинца и уменьшения объема до 3—4 см³, приливают 10 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:1, и далее продолжают, как описано в п. 3.2.

Титр раствора трилона Б по свинцу (T) в г/см³ вычисляют по формуле

$$T=\frac{m}{V},$$

где m — масса навески свинца, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор по ТУ 6—09—1509, раствор с массовой долей 0,5%.

3.2. **Проведение анализа**

Навеску висмутового концентрата массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют около 0,2 г фтористого аммония, 15 см³ соляной кислоты и нагревают 10—15 мин. Приливают 5 см³ азотной кислоты и кипятят до уменьшения объема раствора до 3—5 см³. Приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до выделения обильных паров серной кислоты. Охлаждают, обмывают стенки колбы водой и повторяют выпаривание до паров серной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 80 см³ воды, кипятят 5—10 мин и охлаждают в проточной воде в течение 1,5—2 ч.

Раствор фильтруют через тампон из фильтробумажной массы, колбу и осадок промывают 4—5 раз разбавленной 1:20 серной кислотой, затем 3—4 раза водой. Тампон с осадком помещают в колбу, в которой проводилось осаждение, приливают 25—30 см³ буферного раствора, 100 см³ воды, кипятят в течение 4—5 мин, после чего оставляют на горячем месте (80°С) в течение 1 ч, затем охлаждают в проточной воде. Прибавляют 2—3 капли раствора индикатора ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из красно-фиолетовой в желтую.

3.3. **Обработка результатов**

3.3.1. Массовую долю свинца (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

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

T — титр раствора трилона Б по свинцу, г/см^3;

m — масса навески пробы, г.

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

Таблица 2

Массовая доля свинца, %	Допускаемое расхождение, %	
	результатов параллельных определений	результатов анализов
От 1,00 до 2,00 включ.	0,13	0,17
Св. 2,00 » 3,00 »	0,16	0,22

3.3.3. Контроль правильности результатов анализа — по ГОСТ 28407.0.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

Л. Е. Вохрышева, канд. хим. наук; **Н. Р. Байгабулова**

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—136.2—78**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	3.1
ГОСТ 2067—80	2.1
ГОСТ 3117—78	3.1
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1
ГОСТ 3778—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4204—77	3.1
ГОСТ 4461—77	2.1, 3.1
ГОСТ 4518—75	3.1
ГОСТ 10652—73	3.1
ГОСТ 11293—78	2.1
ТУ 6—09—1509—78	3.1

gost.e-ecolog.ru