УДК 622.345-15 : 546.56.06 : 006.354+622.345-15 : 546.47.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ ОЛОВЯННЫЕ
Методы определения содержания меди и цинка

Tin concentrates. Methods for the determination of copper content and tin content

ГОСТ 22221.5—76

Взамен ГОСТ 13182—67

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 2 ноября 1976 г. № 2484 срок действия установлен

с 01.01. 1978 г.
до 01.01. 1983 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на оловянные концентраты всех марок и устанавливает полярографический, атомно-абсорбционный и титриметрический методы определения содержания меди и цинка.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ РС 4140—73 в части, касающейся полярографического метода.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22221.0—76.

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ И ЦИНКА (при содержании меди и цинка до 5% каждого)

Метод основан на полярографическом определении меди и цинка в хлоридно-аммиачном растворе.

Кобальт осаждают 1-нитрозо-2-нафтолом. Отделение меди в случае, если соотношение меди и цинка равно или более 10 : 1, проводят с использованием процесса цементации на металлическом железе.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

полярограф с наложением постоянного напряжения;

электроды: катод — ртутный капельный; анод — насыщенный каломельный (н.к.э) или донную ртуть;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—67 и разбавленную 1 : 1, 1 : 4 и 1 : 8;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

кислоту азотную по ГОСТ 4461—67 и разбавленную 1 : 1;

кислоту фтористоводородную (плавиковую кислоту) по ГОСТ 10484—73;

смесь кислот для растворения, содержащую 60 мл фтористоводородной кислоты на 800 мл соляной кислоты; смесь хранят в полиэтиленовом сосуде;

бром по ГОСТ 4109—64;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72;

аммиак водный по ГОСТ 3760—64;

водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76;

натрий сернистокислый (сульфит натрия) кристаллический по ГОСТ 429—66, раствор концентрации 200 г/л;

железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор концентрации 200 г/л;

желатин пищевой по ГОСТ 11293—65, свежеприготовленный раствор концентрации 10 г/л;

хлоридно-аммиачный раствор; готовят следующим образом: 100 г хлористого аммония помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, приливают 150 мл аммиака, доливают до метки водой и перемешивают;

железо металлическое в виде проволоки или мелких гвоздей, прокаленных для удаления поверхностно-активных веществ, промытых разбавленной 1 : 1 соляной кислотой и проверенных на содержание цинка;

порошок железный по ГОСТ 9849—74;

кислоту уксусную по ГОСТ 61—75;

1-нитрозо-2-нафтол по ГОСТ 7756—73, раствор концентрации 20 г/л; готовят следующим образом: 3 г реактива растворяют в смеси 110 мл уксусной кислоты и 40 мл воды, нагревают до начала кипения и фильтруют;

медь, не менее 99,95%;

стандартный раствор меди; готовят следующим образом: 1 г меди помещают в стакан вместимостью 300 мл и растворяют при нагревании в 25 мл разбавленной 1 : 1 азотной кислоты. Раствор выпаривают до 2—3 мл, приливают 15 мл соляной кислоты и выпаривают почти досуха. Повторяют выпаривание дважды, приливая каждый раз по 5 мл соляной кислоты. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора содержит 1 мг меди;

цинк гранулированный по ГОСТ 989—75;

стандартный раствор цинка; готовят следующим образом: 1 г цинка растворяют в 50 мл разбавленной 1 : 1 соляной кислоты. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают. 1 мл раствора содержит 1 мг цинка.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. *Для концентратов, не содержащих кобальта, в которых соотношение меди и цинка менее, чем 10 : 1.*

2.2.1.1. Масса навески концентрата и вместимость мерных колб для разведения анализируемого раствора в зависимости от содержания меди или цинка указаны в табл. 1.

Таблица 1

Содержание меди или цинка, %	Масса навески, г	Вместимость мерных колб, мм
От 0,01 до 0,1	2	100
Св. 0,1 „ 0,5	1	100
„ 0,5 „ 3	0,5	250
„ 3 „ 5	0,25	500

Навеску помещают в стакан вместимостью 300 мл, смачивают водой, приливают 30 мл смеси кислот для растворения и нагревают в течение 10—15 мин. К раствору приливают 10 мл азотной кислоты и выпаривают до влажных солей.

Если при прибавлении азотной кислоты неразложившиеся сульфиды окисляются с образованием серы, приливают 0,5—1 мл брома и выдерживают без нагревания в течение 15—20 мин. Затем раствор нагревают до удаления брома и выпаривают до влажных солей. К остатку приливают 10 мл соляной кислоты и выпаривают почти досуха. Обработку соляной кислотой повторяют еще раз. Затем приливают 10 мл разбавленной 1 : 1 соляной кислоты и 20 мл воды и нагревают до растворения растворимых солей. К охлажденному раствору приливают аммиак до появления осадка гидроокисей, затем хлоридно-аммиачный раствор из расчета 40 мл на каждые 100 мл объема разведения и переливают содержимое стакана в мерную колбу вместимостью, указанной в табл. 1. К раствору по каплям приливают перекись водорода при перемешивании содержимого колбы до тех пор, пока осадок гидроокисей не перестанет изменять свой цвет от выпадающей гидратированной двуокиси марганца.

Раствор оставляют на 2 ч; затем приливают раствор сернистокислого натрия из расчета 10 мл на 100 мл объема колбы, далее раствор желатина из расчета 1 мл на 100 мл объема колбы, доливают до метки водой и перемешивают.

Через 20—30 мин полярографируют медь в интервале потенциалов полуволн от минус 0,35 В до минус 0,8 В по отношению к н. к. э. или от минус 0,15 В до минус 0,6 В по отношению к ртутному аноду и цинк в интервале от минус 1,2 В до минус 1,6 В по

отношению к н. к. э. или от минус 1,0 В до минус 1,4 В по отношению к ртутному аноду.

Одновременно проводят полярографирование серии растворов с известным содержанием меди и цинка.

Для приготовления серии растворов в мерные колбы вместимостью по 100 мл отмеривают микробюреткой 1; 2; 5; 7,5 и 10 мл стандартного раствора меди или цинка, что соответствует концентрациям 10, 20, 50, 75 и 100 мг/л меди или цинка. К растворам приливают по 10 мл разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, по 20 мл воды, по 2 мл раствора хлорного железа, затем приливают аммиак до появления осадка гидроокисей, по 40 мл хлоридно-аммиачного раствора, по 10 мл раствора сернистокислого натрия, по 1 мл раствора желатина, доливают до метки водой, перемешивают и через 20—30 мин полярографируют, как указано выше.

2.2.2. *Для концентратов, не содержащих кобальта, в которых соотношение меди и цинка равно или более 10 : 1.*

2.2.2.1. Навеску массой, указанной в табл. 1, помещают в стакан вместимостью 300 мл и обрабатывают кислотами, как указано в п. 2.2.1. К остатку после удаления кислот прибавляют 30 мл разбавленной 1 : 8 соляной кислоты, раствор кипятят, затем охлаждают до 30—40°С и вносят в раствор железо в виде проволоки или мелких гвоздей.

Через 10—15 мин, когда основное количество меди выделится на железе, вводят в раствор 0,2—0,3 г порошка железа и оставляют еще на 10 мин.

Затем раствор фильтруют через тампон из ваты и промывают осадок разбавленной 1 : 8 соляной кислотой. К фильтрату приливают 5—10 капель перекиси водорода и кипятят в течение 5—10 мин. Раствор охлаждают, нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроокисей и, прилив хлоридно-аммиачный раствор из расчета 40 мл на каждые 100 мл разведения, переливают в мерную колбу вместимостью, указанной в табл. 1. Раствор оставляют на 2 ч. Затем приливают раствор сернистокислого натрия из расчета 10 мл на 100 мл разведения и раствор желатина из расчета 1 мл на 100 мл разведения, доливают до метки водой и перемешивают. Через 20—30 мин проводят полярографирование, как указано в п. 2.2.1.

Одновременно проводят полярографирование серии растворов, приготовленных, как указано в п. 2.2.1 (причем вместо 2 мл раствора хлорного железа приливают 5 мл).

2.2.3. *Для концентратов, содержащих кобальт*

2.2.3.1. Навеску массой, указанной в табл. 1, помещают в стакан вместимостью 400 мл и обрабатывают кислотами, как указано в п. 2.2.1. К остатку после удаления кислот приливают 10 мл соляной кислоты, 30 мл горячей воды, нагревают до растворения растворимых солей, доливают водой до объема раствора 200 мл и

осаждают кобальт, приливая 20 мл раствора 1-нитрозо-2-нафтола. Раствор с осадком оставляют до следующего дня, затем фильтруют, осадок промывают 3—4 раза горячей разбавленной 1 : 4 соляной кислотой, затем 5—6 раз горячей водой. К фильтрату приливают 20 мл азотной кислоты, выпаривают до 10—20 мл и переливают в фарфоровый тигель. Раствор выпаривают досуха. Сухой остаток прокаливают в муфельной печи при 400—500°С в течение 20—30 мин до полного сжигания органических веществ.

Остаток от прокаливания растворяют при нагревании в 10 мл соляной кислоты, приливают 20 мл воды, охлаждают, раствор переливают в стакан вместимостью 300 мл и далее поступают, как указано в пп. 2.2.1 и 2.2.2 в зависимости от соотношения меди и цинка в анализируемой пробе.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Содержание меди или цинка (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{H \cdot V \cdot 100}{m \cdot K \cdot 10^3},$$

где H — высота волны меди или цинка при полярографировании анализируемого раствора, мм;

V — объем разведенного анализируемого раствора, мл;

K — средняя величина отношений высот волн, полученных при полярографировании серии растворов с известным содержанием меди и цинка, к концентрациям этих же растворов, $\frac{\text{мм}}{\text{мг/л}}$;

m — масса навески, г.

2.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать значений величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Содержание меди или цинка, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,01 до 0,03	0,006
Св. 0,03 „ 0,05	0,015
„ 0,05 „ 0,1	0,03
„ 0,1 „ 0,3	0,04
„ 0,3 „ 0,5	0,06
„ 0,5 „ 0,7	0,07
„ 0,7 „ 0,9	0,1
„ 0,9 „ 2	0,12
„ 2 „ 3	0,13
„ 3 „ 4	0,15
„ 4 „ 5	0,18

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ И ЦИНКА (при содержании до 10% каждого)

Метод основан на избирательном поглощении света от стандартного источника атомами определяемого элемента.

Анализ проводят из раствора после разложения навески смесью соляной и фтористоводородной кислот в присутствии азотной кислоты. Фотометрирование проводят, используя атомно-абсорбционный спектрофотометр, в котором атомизатором служит ацетиленово-воздушное пламя, а источником излучения — лампы с полым катодом.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр атомно-абсорбционный;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—67 и разбавленную 1 : 1;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—67 и разбавленную 1 : 1;

кислоту фтористоводородную (плавиковую кислоту) по ГОСТ 10484—73;

бром по ГОСТ 4109—64;

смесь кислот для растворения, содержащую 60 мл фтористоводородной кислоты на 800 мл соляной кислоты. Смесь хранят в полиэтиленовом сосуде;

медь, не менее 99,95%;

стандартные растворы меди:

раствор А; готовят следующим образом: 1 г меди помещают в стакан вместимостью 300 мл и растворяют при нагревании в 25 мл разбавленной 1 : 1 азотной кислоты. Раствор кипятят до удаления окислов азота, приливают 50 мл разбавленной 1 : 1 азотной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора А содержит 1 мг меди;

раствор Б; готовят следующим образом: отбирают 25 мл раствора А в мерную колбу вместимостью 250 мл, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора Б содержит 0,1 мг меди;

цинк гранулированный по ГОСТ 989—75;

стандартные растворы цинка:

раствор В; готовят следующим образом: 1 г цинка растворяют в 50 мл разбавленной 1 : 1 соляной кислоты. Раствор выпаривают досуха, приливают 50 мл разбавленной 1 : 1 азотной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора В содержит 1 мг цинка;

раствор Г; готовят следующим образом: отбирают 25 мл раствора В в мерную колбу вместимостью 250 мл, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора Г содержит 0,1 мг цинка.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Масса навески концентрата, вместимость мерных колб, применяемых для разведения раствора, и аликвотная часть раствора указаны в табл. 3.

Таблица 3

Содержание меди или цинка, г	Масса навески, г	Вместимость мерных колб, мл	Аликвотная часть раствора для определения меди, мл	Аликвотная часть раствора для определения цинка, мл
От 0,01 до 0,05	1	50	Весь раствор	Весь раствор
Св. 0,05 „ 0,5	0,5	250	Весь раствор	10
„ 0,5 „ 1	0,5	250	10	5
„ 1 „ 5	0,25	500	10	5
„ 5 „ 10	0,1	500	10	5

3.2.2. Навеску пробы помещают в стакан вместимостью 300 мл, смачивают водой, приливают 30 мл смеси кислот для растворения и нагревают в течение 10—15 мин. К раствору приливают 10 мл азотной кислоты и выпаривают до влажных солей. Если при прибавлении азотной кислоты неразложившиеся сульфиды окисляются с образованием серы, приливают 0,5—1 мл брома и выдерживают без нагревания в течение 15—20 мин. Далее раствор нагревают до удаления брома и выпаривают до влажных солей. Остаток обрабатывают 10 мл азотной кислоты и раствор выпаривают досуха, не перекаливая остатка.

К сухому остатку приливают разбавленную 1 : 1 азотную кислоту из расчета 15 мл на 100 мл объема разведения раствора, указанного в табл. 3. Содержимое стакана нагревают 2—3 мин, охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью, указанной в табл. 3.

Раствор доливают водой до метки колбы, перемешивают и отстаивают. Отбирают прозрачный слой раствора и производят фотометрирование, используя атомно-абсорбционный спектрофотометр, в котором атомизатором служит ацетиленово-воздушное пламя, а источником излучения — лампы с полым катодом.

Аналитические линии меди — 324,7 нм и цинка — 213,8 нм.

В случае необходимости проводят дополнительное разведение аликвотной части раствора, объем которой указан в табл. 3, до объема 50 мл. При этом в растворе должно содержаться 7,5 мл разбавленной 1 : 1 азотной кислоты на 50 мл объема.

Фотометрирование для каждой навески проводят три раза и принимают к расчету среднее арифметическое результатов трех измерений с учетом результата, полученного при фотометрировании

раствора контрольного опыта. Концентрацию меди и цинка устанавливают по градуировочному графику.

Одновременно с анализируемыми растворами проводят фотометрирование серии растворов с известным содержанием меди и цинка и по результатам строят градуировочный график.

3.2.3. Для построения градуировочного графика для меди в мерные колбы вместимостью по 100 мл отбирают 0,5; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 10 мл стандартного раствора Б, приливают 15 мл разбавленной 1 : 1 азотной кислоты, доливают водой до метки колбы и перемешивают. Далее фотометрируют раствор, как указано в п. 3.2.2.

По полученным средним значениям оптической плотности и известным концентрациям меди в растворах строят градуировочный график.

3.2.4. Для построения градуировочного графика для цинка в мерные колбы вместимостью по 100 мл отбирают 0,5; 1; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0 и 5 мл стандартного раствора Г, приливают по 15 мл разбавленной 1 : 1 азотной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Фотометрируют раствор, как указано в п. 3.2.2.

По полученным средним значениям оптической плотности и известным концентрациям цинка в растворах строят градуировочный график.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Содержание меди или цинка (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m \cdot 10^6},$$

где C — концентрация фотометрируемого раствора, мкг/мл;

V — исходный объем раствора, мл;

V_1 — объем разбавления аликвотной части раствора, мл;

V_2 — объем аликвотной части раствора, мл;

m — масса навески, г.

3.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать значений величин, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Содержание меди или цинка, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,01 до 0,03	0,006
Св. 0,03 „ 0,05	0,01

Продолжение

Содержание меди или цинка, %	Допускаемое расхождение, %
Св. 0,05 до 0,1	0,02
„ 0,1 „ 0,3	0,03
„ 0,3 „ 0,5	0,05
„ 0,5 „ 0,7	0,06
„ 0,7 „ 0,9	0,09
„ 0,9 „ 2	0,12
„ 2 „ 3	0,13
„ 3 „ 4	0,15
„ 4 „ 5	0,18

4. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ И ЦИНКА (для концентратов, содержащих от 5 до 30% меди или цинка)

Метод основан на разложении пробы кислотами с переводом меди и цинка в раствор и последующим определением меди йодометрическим и цинка комплексометрическим способами.

4.1. Реактивы и растворы

4.1.1. Для проведения анализа применяют:

кислоту соляную по ГОСТ 3118—67 и разбавленную 1 : 1;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—67 и разбавленную 1 : 1;

кислоту фтористоводородную (плавиковую кислоту) по ГОСТ 10484—73;

кислоту серную по ГОСТ 4204—66, разбавленную 1 : 1 и 2 : 98;

смесь кислот для растворения, содержащую 60 мл фтористоводородной кислоты на 800 мл соляной кислоты. Смесь хранят в посуде из полиэтилена;

кислоту уксусную по ГОСТ 61—75;

кислоту аскорбиновую;

аммиак водный по ГОСТ 3760—64, разбавленный 1 : 1;

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—68, раствор концентрации 200 г/л;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72;

аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75;

буферный раствор, приготовленный следующим образом: к раствору уксуснокислого аммония приливают раствор уксусной кислоты до pH 5,5—5,8;

аммоний роданистый по ГОСТ 3768—64 и раствор концентрации 250 г/л;

аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75 и раствор концентрации 40 г/л;

калий азотнокислый по ГОСТ 4217—73;

калий йодистый по ГОСТ 4232—74 и раствор концентрации 200 г/л;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—63;

спирт амиловый;

медь, не менее 99,95%;

цинк гранулированный по ГОСТ 989—75;

стандартный раствор меди, приготовленный следующим образом: 1 г меди помещают в стакан вместимостью 300 мл и растворяют при нагревании в 25 мл разбавленной 1 : 1 азотной кислоты. Раствор выпаривают до 2—3 мл, добавляют 15 мл соляной кислоты и выпаривают почти досуха. Повторяют выпаривание дважды, используя каждый раз по 5 мл соляной кислоты. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 мл, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора содержит 2 мг меди;

стандартный раствор цинка, приготовленный следующим образом: 1 г цинка растворяют в 50 мл разбавленной 1 : 1 соляной кислоты. После полного растворения металла раствор переливают в мерную колбу вместимостью 500 мл, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора содержит 2 мг цинка;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, свежеприготовленный раствор концентрации 5 г/л;

ксиленоловый оранжевый, индикатор, приготовленный следующим образом: 1 г ксиленолового оранжевого смешивают со 100 г азотнокислого калия;

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 4215—66, раствор концентрации 200 г/л и 0,02 и 0,05 н. растворы, приготовленные следующим образом: 5 или 12,5 г серноватистокислого натрия растворяют в 200 мл воды, прибавляют 0,1 г углекислого натрия, приливают 5 мл амилового спирта, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла. Титр раствора устанавливают по меди через 10 сут после приготовления. Для этого 50 мл стандартного раствора меди помещают в колбу вместимостью 250 мл, приливают 5 мл разбавленной 2 : 98 серной кислоты и далее анализ проводят, как указано в п. 4.2.

Титр (T_1) раствора серноватистокислого натрия по меди вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{m}{V},$$

где m — содержание меди в аликвотной части стандартного раствора, г;

V — объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование меди, мл.

Соль динатриевую этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,02 и 0,05 н. раст-

воры, приготовленные следующим образом: 7,448 или 18,62 г трилона Б растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают до метки водой и перемешивают.

Титр раствора устанавливают по цинку. Для этого 50 мл стандартного раствора цинка помещают в колбу вместимостью 250 мл, приливают воду до объема 200 мл, прибавляют 0,02—0,03 г индикатора ксиленолового оранжевого, 10 мл раствора фтористого аммония и 5 мл раствора серноватистокислого натрия концентрации 200 г/л. К раствору приливают по каплям аммиак до получения слабофиолетовой окраски, 20 мл буферного раствора и титруют раствором трилона Б до изменения окраски раствора из фиолетовой в желтую.

Титр (T_2) раствора трилона Б по цинку вычисляют по формуле

$$T_2 = \frac{m}{V},$$

где m — содержание цинка в аликвотной части стандартного раствора, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование цинка, мл.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску концентрата массой 0,3—0,5 г помещают в стакан вместимостью 300 мл, смачивают водой, приливают 30 мл смеси кислот для растворения и нагревают в течение 10—15 мин. К раствору приливают 10 мл азотной кислоты и выпаривают до объема 5 мл. К полученному раствору приливают 20 мл разбавленной 1 : 1 серной кислоты и нагревают до выделения обильных паров серной кислоты. Стакан охлаждают, обмывают стенки водой и снова проводят нагрев до выделения паров серной кислоты. Содержимое колбы охлаждают, приливают 50 мл воды и кипятят до растворения растворимых солей. Раствор охлаждают, оставляют на 2 ч и затем фильтруют через тампон из фильтробумажной массы в колбу вместимостью 250 мл. Осадок промывают разбавленным 2 : 98 раствором серной кислоты до исчезновения реакции на железо с роданистым аммонием. При необходимости осадок может быть использован для определения свинца.

К фильтрату прибавляют 1—2 г надсернокислого аммония, приливают при перемешивании небольшими порциями разбавленный 1 : 1 аммиак до образования осадка гидроокисей и избыток 10 мл. Содержимое колбы нагревают до кипения, охлаждают до 60—70°С и фильтруют через неплотный фильтр «красная лента» в стакан вместимостью 400 мл (основной раствор). Осадок с фильтра смывают холодной водой в колбу, в которой велось осаждение гидроокисей, приливают разбавленную 1 : 1 соляную кислоту до растворения гидроокисей, прибавляют 0,5—1 г надсернокислого аммо-

ния и вновь проводят осаждение гидроокисей, как описано выше. Осадок отфильтровывают через тот же фильтр и промывают 4—5 раз раствором хлористого аммония, нагретым до температуры 90—95°С. Фильтрат присоединяют к основному раствору. Соединенные фильтраты упаривают до объема 50 мл, охлаждают, приливают 5 мл разбавленной 2 : 98 серной кислоты, 10 мл раствора йодистого калия, 1 г роданистого аммония и оставляют в темном месте на 3—5 мин.

Выделившийся йод титруют 0,02 или 0,05 н. раствором серноватистокислого натрия, добавляя к концу титрования 2—3 мл раствора крахмала.

После определения меди в раствор добавляют 0,2 г аскорбиновой кислоты, 0,5 г фтористого аммония, перемешивают, прибавляют 0,02—0,03 г индикатора ксиленолового оранжевого, добавляют по каплям аммиак до слабофиолетовой окраски, 20 мл буферного раствора и титруют в зависимости от ожидаемого количества цинка 0,02 или 0,05 н. раствором трилона Б до изменения фиолетовой окраски раствора в желтую.

4.3. Обработка результатов

4.3.1. Содержание меди или цинка (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

где T — титр 0,02 или 0,05 н. растворов серноватистокислого натрия по меди или трилона Б по цинку;

V — объем раствора серноватистокислого натрия или трилона Б, израсходованный на титрование соответственно меди или цинка, мл;

m — масса навески концентрата, г.

4.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать значений величин, указанных в таблице.

Содержание меди или цинка, %	Допускаемое расхождение, %
От 5 до 10	0,2
Св. 10 „ 15	0,25
„ 15 „ 20	0,3
„ 20 „ 30	0,35

Изменение № 1 ГОСТ 22221.5—76 Концентраты оловянные. Методы определения содержания меди и цинка

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.12.82 № 4905 срок введения установлен

с 01.04.83

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на см³.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 22221.0—76 на СТ СЭВ 314—76.

Раздел 1 дополнить пунктами — 1.2—1.4: «1.2. Требования безопасности — по нормативно-технической документации, утвержденной в установленном порядке.

1.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с использованием государственных стандартных образцов (ГСО) состава оловянных концентратов: ГСО 1284-79 — ГСО 1291-79.

Стандартные образцы анализируют одновременно с исследуемой пробой с тем же числом параллельных определений.

Отклонение среднего воспроизведенного значения содержания меди и цинка в стандартном образце от аттестованного значения, обозначенного в свидетельстве на него, не должно превышать половины допускаемых расхождений, установленных стандартом.

1.4. Допускается применение других методов, не уступающих по точности указанным в стандарте.

При разногласиях в оценке качества химический состав оловянных концентратов должен определяться по методам, установленным стандартом».

Стандарт дополнить разделом — 1*а*:

«1а. **Подготовка к анализу**

1а.1. Подготовка к анализу — по ГОСТ 22221.1—76».

Пункты 2.1.1, 3.1.1, 4.1.1. Заменить ссылки: ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 10484—73 на ГОСТ 10484—78.

Пункт 2.1.1. Заменить ссылки: ГОСТ 4109—64 на ГОСТ 4109—79, ГОСТ 429—66 на ГОСТ 429—76, ГОСТ 11293—65 на ГОСТ 11293—78, ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79;

двадцатый абзац. Заменить слова: «не менее 99,95 %» на «по ГОСТ 859—78»;

двадцать второй абзац. Заменить слова: «гранулированный по ГОСТ 989—75» на «по ГОСТ 3640—79».

Пункт 2.2.1.1. Таблица 1. Наименование графы «Вместимость мерных колб, мм». Заменить единицу измерения: мм на см³.

Пункт 3.1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 4109—64 на ГОСТ 4109—79;

восьмой абзац. Заменить слова: «не менее 99,95 %» на «по ГОСТ 859—78»;

двенадцатый абзац. Заменить слова: «гранулированный по ГОСТ 989—75» на «по ГОСТ 3640—79».

Пункт 4.1.1. Заменить ссылки: ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79, ГОСТ 4204—66 на ГОСТ 4204—77, ГОСТ 4217—73 на ГОСТ 4217—77, ГОСТ 83—63 на ГОСТ 83—79, ГОСТ 3117—68 на ГОСТ 3117—78;

восьмой абзац после слова «аскорбиновую» дополнить словами: «пищевую по ГОСТ 4815—76»;

четырнадцатый абзац после слова «роданистый» исключить слова: «по ГОСТ 3768—64»;

двадцатый абзац. Заменить слова: «не менее 99,95 %» на «по ГОСТ 859—78»;

двадцать первый абзац. Заменить слова: «гранулированный по ГОСТ 989—75» на «по ГОСТ 3640—79»;

исключить слова: «по ГОСТ 4215—66».

(ИУС № 3 1983 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 22221.5—76 Концентраты оловянные. Методы определения содержания меди и цинка

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.06.87 № 2862

Дата введения 01.01.88

Наименование стандарта и по всему тексту заменить слово: «содержание» на «массовая доля».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1722.

По всему тексту стандарта заменить единицу: л на $дм^3$.

Вводная часть. Второй абзац исключить.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: СТ СЭВ 314—76 на ГОСТ 27329—87.

Пункт 2.3.2 изложить в новой редакции (кроме табл. 2): «2.3.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2».

(Продолжение изменения к ГОСТ 22221.5—76)

Пункт 3.3.2 изложить в новой редакции (кроме табл. 4): «3.3.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 4».

Пункты 4.1.1 (двадцать шестой, двадцать восьмой абзацы) Заменить слова: «0,02 и 0,05 н. растворы» на «растворы концентрации 0,01 и 0,025 моль/$дм^3$».

Пункт 4.2.1 (третий, четвертый абзацы). Заменить слова: «0,02 или 0,05 н. раствором» на «раствором концентрации 0,01 или 0,025 моль/$дм^3$»;

Пункт 4.3.1. Заменить слова: «0,02 или 0,05 н. растворов серноватокислого натрия по меди или трилона Б по цинку» на «растворов концентрации 0,01 или 0,025 моль/$дм^3$ серноватокислого натрия по меди или раствором концентрации 0,01 или 0,025 моль/$дм^3$ трилона Б по цинку».

Пункт 4.3.2 изложить в новой редакции (кроме табл. 5): «4.3.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 5».

(ИУС № 11 1987 г.).

gost.e-ecolog.ru