УДК 622.341.001.4:006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГРАФИТ

Метод определения свинца

Graphite. Method for determination of lead

ГОСТ 17818.13—90

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на скрытокристаллический графит и кристаллический графит, полученный при раздельном или совместном обогащении природных руд, графитсодержащих отходов металлургического и других производств, и устанавливает фотометрический метод определения свинца.

Сущность метода заключается в образовании красного комплексного соединения свинца с дитизоном и фотометрировании окрашенного раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 17818.0.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектрокалориметр по ГОСТ 12083.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Хлороформ (трихлорметан).

Дитизон (дифенилтиокарбазон) по ГОСТ 10165, раствор концентрации 0,04 г в 100 см³ хлороформа (хранят в склянке из темного стекла) и растворы с концентрацией 0,01 и 0,002 г в 100 см³, приготовленные разбавлением хлороформом раствора с концентрацией 0,04 г в 100 см³.

Кальций азотнокислый по ГОСТ 4142, раствор концентрации 500 г/дм³, очищенный дитизоном следующим образом: 300 см³ раствора помещают в делительную воронку вместимостью 500 см³, приливают по каплям раствор аммиака до установления pH 6—7

gost.e-ecolog.ru

по универсальной индикаторной бумажке и встряхивают с 10 см³ раствора дитизона концентрации 0,01 г в 100 см³. Экстрагирование повторяют несколько раз до тех пор, пока последняя порция дитизона не будет иметь зеленую окраску. Избыток дитизона извлекают хлороформом, пока последняя порция хлороформа не будет бесцветной.

Стронций азотнокислый по ГОСТ 5429, раствор концентрации 10 г/дм³, очищенный дитизоном, как описано выше.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор концентрации 200 г/дм³, приготовленный растворением 200 г уксуснокислого аммония и 30 см³ уксусной кислоты в 1 дм³ раствора, очищенный дитизоном, как описано выше.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145, раствор концентрации 50 г/дм³, очищенный дитизоном, как описано выше.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор концентрации 10 г/дм³, очищенный дитизоном, как описано выше.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236.

Стандартный раствор свинца: 0,1599 г перекристаллизованного и высушенного при (105±5) °С азотнокислого свинца растворяют в 300—400 см³ воды с добавлением 1 см³ азотной кислоты. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией свинца 0,1 мг/см³ (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор свинца: отбирают пипеткой 10 см³ стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией свинца 0,01 мг/см³ (раствор Б).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью по 100 см³ отмеривают бюреткой 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ градуировочного стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг свинца, приливают по 2 см³ серной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты. Охлаждают, приливают по 10 см³ раствора азотнокислого стронция и устанавливают раствором аммиака pH 1 по универсальной индикаторной бумажке. Растворы нагревают до кипения, медленно приливают по 10 см³ раствора сернокислого калия, кипятят 2—3 мин и оставляют на 2 ч. Осадок отфильтровывают на фильтр «синяя лента», промывают горячей водой, содержащей 1 см³ сернокислого калия в 100 см³. Фильтрат отбрасывают. Фильтры с осадком разворачивают и помещают в стаканы вместимостью по 100 см³, приливают по 20 см³ раствора аммония уксуснокислого, кипятят 10—15 мин и фильтруют через фильтр «синяя лента». Фильтр промывают два-три раза неболь-

шими порциями горячего раствора уксуснокислого аммония. Раствор переливают в делительную воронку вместимостью 100—150 см³, приливают по 20 см³ раствора азотнокислого кальция, по 1 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида, по 3—4 капли тимолового синего и раствор аммиака до перехода окраски раствора из желтой в синюю, затем приливают по 2 см³ хлороформного раствора дитизона с концентрацией 0,002 г в 100 см³ раствора. Раствор встряхивают в течение 1 мин. Экстрагирование повторяют до тех пор, пока последняя порция нижнего органического раствора не станет фиолетовой или зеленой. Экстракты сливают в мерные колбы вместимостью по 25 см³, доливают хлороформом до метки и перемешивают. Раствор фотометрируют на фотоэлектрокалориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 500—560 нм, в кювете с толщиной калориметрируемого слоя 20 мм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий свинца, если он окрашен в розовый цвет. Если раствор сравнения окрашен в другой цвет, раствором сравнения служит хлороформ.

Градуировочный график строят по ГОСТ 17818.0.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

От основного раствора, полученного при определении массовой доли меди по ГОСТ 17818.10, отбирают аликвотную часть 25 см³ в стакан вместимостью 100 см³, приливают 2 см³ серной кислоты и выпаривают до появления густых паров серной кислоты. Далее анализ продолжают, как указано в разд. 3.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, если он окрашен в розовый цвет. Если раствор сравнения окрашен в другой цвет, раствором сравнения служит хлороформ.

По величине оптической плотности по градуировочному графику определяют массу свинца в миллиграммах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю свинца (X_{Pb}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Pb} = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса свинца, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем основного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески графита, г.

5.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,0003% при массовой доле свинца до 0,001% и 0,0005% при массовой доле свинца свыше 0,001%.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Концерном «Союзминерал»

   РАЗРАБОТЧИКИ

   И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы), С. Н. Шевцова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 685

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 17818.13—75**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 61—75	2
ГОСТ 3117—75	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4142—77	2
ГОСТ 4145—74	2
ГОСТ 4201—77	2
ГОСТ 4236—77	2
ГОСТ 5429—74	2
ГОСТ 5456—79	2
ГОСТ 10165—79	2
ГОСТ 12083—78	2
ГОСТ 17818.0—90	1; 3
ГОСТ 17818.10—90	4

gost.e-ecolog.ru