УДК 622.343-15:546.86.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

Метод определения сурьмы

Copper concentrates.
Method for determination of antimony

ГОСТ 15934.15—80*

Взамен
ГОСТ 15934.15—70

ОКСТУ 1733

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 апреля 1980 г. № 1981 срок введения установлен

с 01.07.81

Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта № 1074 от 15.04.85 срок действия продлен

до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на медные концентраты всех марок и устанавливает фотоколориметрический метод определения массовой доли сурьмы от 0,003 до 0,8 %.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (апрель 1985 г.) с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1985 г. Пост. № 1068 от 15.04.85 (ИУС 7—85)*

gost.e-ecolog.ru

Метод основан на образовании окрашенного соединения аниона сурьмы (V) с фиолетовым кристаллическим после окисления сурьмы перекисью водорода.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по СТ СЭВ 314—76

1.2. Требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 2082.0—81 и ГОСТ 26100—84.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1 и 1:10.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 1:9 и 3:97.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, раствор 10 г/дм^3.

Железо (III) азотнокислое 9-водное по ГОСТ 4111—74, раствор 70 г/дм^3.

Кристаллический фиолетовый, раствор 0,2 г/дм^3.

Медь по ГОСТ 859—78 марки не ниже М0.

Раствор азотнокислой меди: 10 г меди растворяют в азотной кислоте. Раствор кипятят до полного удаления окислов азота, затем охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 мл и перемешивают. 1 см^3 раствора содержит 10 мг меди.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Толуол по ГОСТ 5789—78, перегнанный.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, раствор 1:10.

Сурьма по ГОСТ 1089—73.

Стандартные растворы сурьмы:

раствор А: 0,1000 г сурьмы помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 20 см^3 серной кислоты. Раствор охлаждают, осторожно разбавляют водой до 150 см^3, снова охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки разбавленной 1:9 серной кислотой и перемешивают. 1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг сурьмы;

раствор Б: отбирают пипеткой 10 см^3 раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки разбавленной 1:9 серной кислотой и перемешивают. 1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг сурьмы;

раствор В: отбирают пипеткой 20 см^3 раствора Б в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки разбавленной 1:9 сер-

ной кислотой и перемешивают (раствор готовят в день применения). 1 см³ раствора В содержит 0,002 мг сурьмы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Масса навески медного концентрата, вместимость мерной колбы, объем экстрагента и размер кюветы (в зависимости от содержания сурьмы в концентрате) указаны в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, см³	Объем экстрагента (толуола), см³	Кювета с толщиной слоя, см³
От 0,003 до 0,016	0,5	100	20	30
Св. 0,016 » 0,05	0,5	100	30	10
» 0,05 » 0,14	0,5	250	30	10
» 0,14 » 0,3	0,25	250	30	10
» 0,3 » 0,8	0,25	500	30	10

3.2. Навеску концентрата помещают в колбу вместимостью 250 см³, смачивают водой, добавляют 15—30 см³ азотной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают до полного удаления окислов азота. Затем снимают стекло, обмывают его над колбой и выпаривают до 5—7 см³. Если образуется королек серы, то раствор несколько раз обрабатывают азотной кислотой до полного окисления серы.

К охлажденному раствору прибавляют 15 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты, затем его выпаривают до появления густых паров серной кислоты. После этого колбу охлаждают, стенки колбы обмывают водой и снова выпаривают раствор до получения влажных солей. Остаток охлаждают, приливают к нему 30—50 см³ соляной кислоты, нагревают до кипения и оставляют на 5—10 мин при 40—50 °С Затем раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью, указанной в табл. 1, доливают соляной кислотой до метки и перемешивают.

Отбирают пипеткой аликвотную часть раствора 10 см³ в стакан вместимостью 100 см³, приливают 3 см³ воды и прибавляют при перемешивании 10 капель раствора перекиси водорода. Через 1 мин добавляют три капли раствора солянокислого гидроксиламина, переливают раствор в делительную воронку вместимостью 150 см³ и разбавляют водой до 75 см³. К раствору в делительной воронке прибавляют при перемешивании 20 капель кристаллического фиолетового, затем отмеренный бюреткой толуол в количест-

ве, указанном в табл. 1, и встряхивают содержимое воронки в течение 1 мин.

После расслоения жидкостей толуольный раствор отделяют, обезвоживают его с помощью 1 г сернокислого натрия и измеряют оптическую плотность экстракта на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 610—620 нм и кювету с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя раствора, указанной в табл. 1.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Содержание сурьмы в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Для построения градуировочного графика при массовой доле сурьмы от 0,004 до 0,016 % в пять стаканов вместимостью по 100 см³ наливают по 2 см³ раствора азотнокислой меди, по 2 см³ раствора азотнокислого железа, по 3 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты и выпаривают раствор до появления густых паров серной кислоты. Стаканы с содержимым охлаждают и наливают в них микробюреткой соответственно 1, 2, 3, 4 и 5 см³ стандартного раствора В.

Растворы выпаривают почти досуха, охлаждают, приливают по 10 см³ соляной кислоты, нагревают до кипения и оставляют на 5—10 мин при 40—50 °С. Затем растворы снова охлаждают, приливают по 3 см³ воды, прибавляют при перемешивании 10 капель раствора сернокислого церия и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.2.

В качестве раствора сравнения применяют толуол.

3.4. Для построения градуировочного графика при массовой доле сурьмы свыше 0,016 % в шесть стаканов вместимостью по 100 см³ наливают по 2 см³ азотнокислого раствора меди по 2 см³ раствора азотнокислого железа, по 3 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты и выпаривают до появления густых паров серной кислоты. Стаканы с содержимым охлаждают и наливают в них микробюреткой 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ раствора Б.

Растворы выпаривают до получения влажных солей, приливают по 10 см³ соляной кислоты, нагревают до кипения и оставляют на 5—10 мин при 40—50 °С.

После этого растворы снова охлаждают, приливают по 3 см³ воды, прибавляют при перемешивании по 10 капель раствора сернокислого церия и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.2, с проведением экстракции 30 см³ толуола и фотометрировании в кювете с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя раствора 10 мм.

В качестве раствора сравнения применяют толуол.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю сурьмы (X) в процентах вычисляют по формуле

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

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

V — объем мерной колбы, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески концентрата, г.

4.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать величины, приведенной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля сурьмы, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	Массовая доля сурьмы, %	Абсолютное допускаемое расхождение %
От 0,003 до 0,006	0,001	Св. 0,05 до 0,1	0,01
Св. 0,006 » 0,012	0,002	» 0,1 » 0,2	0,015
» 0,012 » 0,024	0,004	» 0,2 » 0,4	0,018
» 0,024 » 0,05	0,006	» 0,4 » 0,8	0,02

4.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086—81 не реже одного раза в полгода.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru