МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.344.6-15:546.86.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

Метод определения сурьмы

Zinc concentrates.
Method for the determination of stibium

ГОСТ 14048.9—80*

Взамен ГОСТ 14048.9—71

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.01.80 № 487 дата введения установлена 01.07.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—12—94)

Настоящий стандарт распространяется на цинковые концентраты всех марок и устанавливает полярографический метод определения сурьмы от 0,005 до 0,5 %.

Метод основан на полярографировании сурьмы с предварительным концентрированием ее на диоксиде марганца.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329—87.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов, методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных по стандартизованной и аттестованной методикам, не реже одного раза в квартал, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе в соответствии с ГОСТ 14048.2—78.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 25363—82 с дополнениями:

- при проведении анализа используются реактивы, оказывающие вредное воздействие на организм человека: кислоты, аммиак, дигидрохлорид гидразина, пероксид водорода, сурьма и ее соединения, ртуть. При работе с названными веществами необходимо руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в нормативно-технической документации на их изготовление и применение;

- содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны (паров кислот, аммиака, ртути, аэрозолей реактивов), выделяющихся в ходе анализа, не должно превышать предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005—88; контроль следует осуществлять по методическим указаниям, утвержденным Минздравом СССР, или по ГОСТ 12.1.016—79.

Разд. 1а. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1991 г. (ИУС 6—91)*

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1999

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Полярограф.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:20.

Смесь азотной и соляной кислот 1:3 (царская водка).

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Гидразин дигидрохлорид по ГОСТ 22159—76.

Железо треххлористое, 6-водное по ГОСТ 4147—74, раствор 50 г/дм^3, готовят на разбавленной 1:20 соляной кислоте.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор 36 г/дм^3.

Марганец (II) азотнокислый 6-водный, раствор 40 г/дм^3.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Ртуть по ГОСТ 4658—73.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76.

Электролит фоновый; готовят следующим образом: в склянку вместимостью 2000 см^3 помещают 280 г хлористого натрия, 40 г гидрохлорида гидразина, 200 см^3 соляной кислоты, приливают воду и перемешивают до растворения солей, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Сурьма не ниже марки СУ 00 по ГОСТ 1089—82.

Стандартные растворы сурьмы:

раствор А; готовят следующим образом: 0,1000 г тонко измельченной сурьмы помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 20 см^3 серной кислоты и растворяют при умеренном нагревании. Раствор охлаждают, приливают 60 см^3 воды, перемешивают, приливают 80 см^3 серной кислоты, вновь перемешивают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают. 1 см^3 стандартного раствора А содержит 0,1 мг сурьмы;

растворы Б, В, Г, Д, Е и Ж готовят (по мере надобности) следующим образом: в шесть конических колб вместимостью по 250 см^3 отмеривают соответственно в каждую 0,5; 1; 2; 3; 4 и 5 см^3 стандартного раствора сурьмы, прибавляют 60—65 см^3 фонового электролита, накрывают часовым стеклом, кипятят 1—2 мин, охлаждают, переливают в мерные колбы вместимостью по 100 см^3, обмывают колбы фоновым электролитом, им же разбавляют до метки и перемешивают. Растворы Б, В, Г, Д, Е и Ж соответственно содержат 0,5; 1; 2; 3; 4 и 5 мг/дм^3 сурьмы.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску цинкового концентрата массой 0,5000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 20 см^3 царской водки, выпаривают до малого объема (0,5—1 см^3). При наличии темных корольков серы приливают по каплям азотную кислоту до полного их окисления. Приливают 10 см^3 азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота. Приливают 50 см^3 воды, нагревают до полного растворения солей. Нерастворимый остаток отфильтровывают через воронку с тампоном из ваты. Фильтр и колбу промывают 3—4 раза горячей водой. Фильтрат разбавляют водой до объема 150—160 см^3, нейтрализуют аммиаком до начала выделения гидроксида железа, а затем по каплям до pH 3,5—4 по универсальной индикаторной бумаге. Приливают 5 см^3 раствора азотнокислого марганца, нагревают до кипения, приливают по каплям 3 см^3 раствора марганцовокислого калия и продолжают кипятить до полной коагуляции осадка.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, колбу и фильтр промывают 5—6 раз горячей водой.

При наличии в пробе более 0,1 % меди осадок переосаждают. Для этого фильтр с осадком осторожно разворачивают на воронке, смывают осадок в колбу, в которой проводилось осаждение сурьмы, разбавленной 1:9 азотной кислотой (с 2—3 см^3 пероксида водорода на 500 см^3 кислоты). Раствор кипятят до разрушения пероксида водорода, приливают воды до объема раствора 130—150 см^3, снова нейтрализуют аммиаком до pH 3,5—4, нагревают до кипения, по каплям приливают 3 см^3 раствора марганцовокислого калия и продолжают кипятить до полной коагуляции осадка.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, колбу и фильтр промывают 5—6 раз горячей водой, фильтр с осадком осторожно разворачивают на воронке и смывают осадок 40—60 см^3 горячего фонового электролита в колбу, в которой проводилось осаждение сурьмы.

Колбу накрывают часовым стеклом и кипятят раствор 1—2 мин, выдерживают 25—30 мин на теплом месте до полного восстановления железа и сурьмы. Раствор охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 50—100 $см^3$ фоновым электролитом. Этим же электролитом доливают до метки и перемешивают.

Часть раствора заливают в электролизер и проводят полярографирование сурьмы на осциллографическом или переменнотоковом полярографах при потенциале пика минус 0,18 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. Одновременно проводят полярографирование растворов Б, В, Г, Д, Е и Ж.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{H \cdot V}{K \cdot m \cdot 10000},$$

где H — высота волны сурьмы, полученная при полярографировании анализируемого раствора, мм;

V — вместимость мерной колбы, $см^3$;

K — средняя величина отношения высот волн стандартных растворов Б, В, Г, Д, Е и Ж к их концентрациям, $\frac{мм}{мг/дм^3}$;

m — масса навески концентрата, г.

4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля сурьмы, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,030 »	0,004	0,006
» 0,030 » 0,060 »	0,006	0,009
» 0,060 » 0,100 »	0,007	0,010
» 0,100 » 0,30 »	0,02	0,03
» 0,30 » 0,50 »	0,03	0,04

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. **(Исключен, Изм. № 1).**

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.04.99. Подписано в печать 22.04.99. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,37.
Тираж 121 экз. С2656. Зак. 1019.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru