МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.344-15.546.86.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

Фотометрический метод определения сурьмы

Lead concentrates. Determination of antimony.
Photometric method

ГОСТ 14047.9—78

ОКСТУ 1725

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на свинцовые концентраты всех марок и устанавливает фотометрический метод определения массовой доли сурьмы до 1 %.

Метод основан на свойстве ионов пятивалентной сурьмы образовывать с кристаллическим фиолетовым комплексное соединение фиолетового цвета, экстрагируемое толуолом. Оптическую плотность окрашенного комплекса измеряют при длине волны 610 нм.

Сурьму предварительно окисляют до пятивалентного состояния азотистокислым натрием, избыток которого разрушают мочевиной.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 14047.5.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;

кислоту азотную по ГОСТ 4461;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:1;

кислоту серную по ГОСТ 4204 и разбавленную 1:1 и 1:3;

олово двухлористое по ТУ 6-09-5393, раствор 100 г/дм^3, готовят следующим образом: 10 г двухлористого олова растворяют в 50 см^3 соляной кислоты и разбавляют до 100 см^3 водой;

натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор 100 г/дм^3;

мочевина по ГОСТ 6691, насыщенный раствор; готовят следующим образом: 50 г мочевины растворяют в 50 см^3 горячей воды;

толуол по ГОСТ 5789;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

кристаллический фиолетовый, раствор 2 г/дм^3;

сурьма марки Су0 по ГОСТ 1089;

стандартные растворы сурьмы:

раствор А. 0,1000 г металлической сурьмы растворяют при сильном нагревании в 20 см^3 серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3. По охлаждении приливают 60 см^3 воды и нагревают до растворения солей. Охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:3.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг сурьмы;

раствор Б. 5 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:1. Раствор Б готовят в день применения.

1 см^3 раствора Б содержит 5 мкг сурьмы.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску свинцового концентрата массой 0,1000—1,0000 г разлагают при слабом нагревании в 10—15 см^3 азотной кислоты. Прибавляют 5—10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до появления паров серной кислоты. Закрывают колбу крышкой и нагревают еще 20—30 мин. Охлаждают, смывают стенки колбы водой и повторяют выпаривание до паров серной кислоты. К охлажденной пробе приливают 20—30 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают, не доводя до кипения, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:1. Раствор отфильтровывают через сухой фильтр в сухую колбу. Первые порции фильтрата отбрасывают. Отбирают аликвотную часть раствора 5 или 10 см^3 в делительную воронку вместимостью 150—200 см^3. Приливают равный объем соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3, затем 1 см^3 раствора хлористого олова. После перемешивания приливают 1 см^3 раствора азотистокислого натрия. Через 5 мин приливают 10 см^3 воды, 1 см^3 раствора мочевины, перемешивают. Разбавляют водой до 75 см^3, если была взята аликвотная часть 5 см^3, и до 150 см^3, если была взята аликвотная часть 10 см^3 (на воронке предварительно нанесены метки).

К раствору приливают 10 капель раствора кристаллического фиолетового, перемешивают, из бюретки приливают 20 см^3 толуола и встряхивают в течение 1 мин. Органический слой сливают в сухую колбочку.

Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при 610 нм в кюветах с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит толуол.

Массовую долю сурьмы устанавливают по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Для построения градуировочного графика в делительные воронки помещают 1, 2, 3, 4 и 5 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 5, 10, 15, 20 и 25 мкг сурьмы. Приливают до 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, по 5 см^3 соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3, 1 см^3 раствора хлористого олова. Далее анализ ведут, как указано в п. 3.1.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям сурьмы строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 10^6},$$

где m_1 — количество сурьмы, найденное по градуировочному графику, мкг;

V — объем мерной колбы, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески концентрата, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и допускаемое расхождение между результатами анализа при доверительной вероятности P=0,95 не должно превышать величины, указанной в таблице.

%

Массовая доля сурьмы	Допускаемое расхождение между параллельными определениями	Допускаемое расхождение между результатами анализа
От 0,005 до 0,01	0,002	0,003
Св. 0,01 » 0,05	0,006	0,008
» 0,05 » 0,2	0,01	0,015
» 0,2 » 0,5	0,02	0,025
» 0,5 » 1	0,1	0,15

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР
РАЗРАБОТЧИКИ
М.Г. Саюн, В.А. Колесникова
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.08.78 № 2310
3. ВЗАМЕН ГОСТ 14047.9—71
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1089—82	2.1	ГОСТ 5789—78	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1	ГОСТ 6691—77	2.1
ГОСТ 4197—74	2.1	ГОСТ 14047.5—78	1а.1
ГОСТ 4204—77	2.1	ГОСТ 27329—87	1.1
ГОСТ 4461—77	2.1	ТУ 6-09-5393—88	2.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июле 1984 г., июне 1989 г. (ИУС 11—84, 10—89)

Редактор *Т.С. Шеко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

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. 0,40.
Тираж 126 экз. С2666 Зак. 1023.

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