ГОСТ 14047.1—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

Издание официальное

БЗ 1—95/61

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Восточным научно-исследовательским горно-металлургическим институтом цветных металлов (ВНИИцветмет)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Казахстан

2 Принят Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (отчет № 2 от 15 апреля 1994 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Казахстан	Казглавстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 19.03.96 № 173 межгосударственный стандарт ГОСТ 14047.1—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН СТ СЭВ 315-76

©ИПК Издательство стандартов, 1996

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Сущность метода 1
3 Нормативные ссылки 1
4 Общие требования 2
5 Требования безопасности 3
6 Аппаратура, реактивы и растворы 3
7 Проведение анализа 4
8 Обработка результатов 5

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

Метод определения свинца

Lead concentrates.
Method for determination of lead

Дата введения 1997—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на свинцовые концентраты и устанавливает комплексонометрический метод определения свинца при массовой доле от 20 до 80 %.

2 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на титровании свинца трилоном Б при pH 5,4—5,9 в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого после предварительного отделения его в виде сульфата или двойной соли — сульфата калия — свинца.

3 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 2053—77 Натрий сернистый 9-водный. Технические условия

ГОСТ 3117—78 Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3778—93 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4145—74 Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 7298—79 Гидроксиламин сернокислый. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N - тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 14047.5—78 Концентраты свинцовые. Фотометрический и титриметрический методы определения мышьяка

ГОСТ 22867—77 Аммоний азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 27067—86 Аммоний роданистый. Технические условия

ГОСТ 27329—87 Руды и концентраты цветных металлов. Общие требования к методам анализа

4 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

4.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329.

4.2 Массовую долю свинца определяют параллельно на двух навесках. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений.

4.3 Точность анализа контролируют по стандартным образцам состава свинцовых концентратов или методом добавок не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе.

4.4 Точность анализа по стандартным образцам контролируют проведением анализа стандартного образца одновременно с анализом проб. Анализ проб считают точным, если результат анализа стандартного образца отличается от аттестованной характеристики не более чем на $\sqrt{\Delta_{\text{ат}}^2 + 0{,}5\,D^2}$,

где Δ — погрешность аттестации стандартного образца;

D — допускаемое расхождение между результатами анализов.

4.5 Для контроля точности анализа методом добавок определяют массовую долю свинца в концентрате после добавления аликвотной части стандартного раствора свинца к пробе до проведения анализа.

Доводку (объем стандартного раствора) выбирают таким образом, чтобы она составляла 30—100 % содержания свинца в пробе.

Найденную добавку рассчитывают как разность между содержанием свинца в пробе с добавкой ($C_{\text{п+д}}$) и результатами анализа пробы ($C_{\text{п}}$).

Анализ пробы считают точным, если найденная добавка отличается от введенной ее величины не более чем на $0{,}71\sqrt{D_1^2 + D_2^2}$, где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения результатов анализа пробы и пробы с добавкой соответственно.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности — по ГОСТ 14047.5.

6 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

pH-метр-милливольтметр или иономер любого типа с точностью измерения ± 0,1 единицы pH.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 и 2:100.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кислота аскорбиновая.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145.

Гидроксиламин сернокислый по ГОСТ 7298.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей 25 %.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор с массовой долей 20 %.

Буферный раствор с pH 5,4—5,9: к раствору уксуснокислого аммония приливают уксусную или соляную кислоту до pH 5,4—5,9; pH раствора проверяют с помощью pH-метра.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор по НД, раствор с массовой долей 0,5 %.

Свинец не ниже марки С1 по ГОСТ 3778.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,025 моль/дм^3.

Для установки титра раствора навеску свинца массой 0,1500 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 15—20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:3, и слегка подогревают до полного растворения свинца. Осторожно выпаривают раствор до 3—4 см^3, приливают 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до выделения обильных паров серной кислоты. Далее продолжают, как описано в 7.1.

Титр раствора трилона Б по свинцу T, г/см^3, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V}, \qquad (1)$$

где m — масса навески свинца, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

7 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

7.1 Определение свинца при содержании бария в концентратах до 0,5 %.

Навеску пробы свинцового концентрата массой 0,2000—0,5000 г (таблица 1) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, смачивают водой, приливают 15 см^3 соляной кислоты и нагревают в течение 10 мин.

Таблица 1 — Масса навески для анализа

Массовая доля свинца, %	Масса навески, г
От 20 до 40 включ	0,5000
Св 40 " 60 "	0,3000
" 60 " 70 "	0,2500
" 70	0,2000

Прибавляют 5 см^3 азотной кислоты и продолжают нагревать до прекращения бурного выделения оксидов азота и уменьшения объема раствора до 2—3 см^3. Приливают 10—15 см^3 раствора серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до выделения паров серной кислоты.

Если раствор приобретает темную окраску из-за присутствия органических веществ, прибавляют небольшими порциями (0,02—0,05 г) азотнокислый аммоний или осторожно, по каплям, азотную кислоту до их разрушения. Раствор охлаждают, стенки колбы обмывают небольшим количеством воды и повторяют выпаривание до обильного выделения паров серной кислоты. К остатку после охлаждения приливают 80—100 см^3 воды, кипятят 5—10 мин до растворения растворимых сульфатов.

Раствор охлаждают в проточной воде в течение 1—2 ч (при проведении арбитражных анализов оставляют на ночь), затем фильтруют через тампон из фильтробумажной массы или плотный фильтр с небольшим количеством фильтробумажной массы.

Колбу и осадок на фильтре промывают раствором серной кислоты 2:100 до отрицательной реакции промывных вод на железо с раствором роданистого аммония, затем четыре-пять раз водой.

Осадок с фильтром (тампоном) помещают в колбу, в которой проводилось осаждение, приливают 40—50 см^3 буферного раствора; фильтр тщательно разрыхляют стеклянной палочкой. Приливают воду до объема 100—120 см^3, нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин, затем выдерживают при 70—90°С в течение 1 ч.

Раствор охлаждают в проточной воде, разбавляют, если необхо-

димо, водой до объема 150 см^3, прибавляют одну-две капли раствора индикатора ксиленолового оранжевого и титруют свинец раствором трилона Б до перехода окраски из малино-фиолетовой в желтую.

7.2 Определение свинца при содержании бария в концентратах более 0,5 %.

Навеску свинцового концентрата (таблица 1) помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, смачивают водой, прибавляют 2 г сернокислого калия, 15—20 см^3 соляной кислоты и раствор выпаривают досуха, не прокаливая остатка.

Приливают 100 см^3 воды, нагревают и кипятят 3—5 мин до просветления раствора.

Если раствор окрашивается в желтый цвет или мутнеет из-за выделения гидроксида железа, прибавляют 3—5 мг сернокислого гидроксиламина или аскорбиновой кислоты и нагревают до исчезновения желтой окраски и посветления раствора.

Содержимое колбы охлаждают в проточной воде в течение 1 ч (при выполнении арбитражных анализов оставляют на ночь). Раствор фильтруют через тампон из фильтробумажной массы или плотный фильтр, содержащий фильтробумажную массу. Колбу и осадок на фильтре промывают пять-шесть раз водой. Далее анализ продолжают, как описано в 7.1.

При содержании в свинцовом концентрате органических веществ раствор перед титрованием может быть малопрозрачным, а фильтробумажная масса окрашенной в темный цвет, что мешает распознаванию конца титрования. В этом случае раствор перед титрованием разбавляют до 200—300 см^3, добавляют индикатор и титруют раствором трилона Б, как указано в 7.1. Допускается также фильтровать раствор через тампон из ваты в колбу вместимостью 500 см^3; тампон и колбу, в которой проводилось растворение сульфата свинца, промывают горячей водой до отрицательной реакции на свинец (проба с раствором сернистого натрия). Фильтрат охлаждают, добавляют индикатор и титруют свинец, как указано в 7.1.

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

8.1 Массовую долю свинца X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование свинца, см^3;

T — титр раствора трилона Б по свинцу, г/см^3;

m — масса навески концентрата, г.

8.2 Результат анализа вычисляют до третьего и округляют до второго десятичного знака.

8.3 Абсолютные значения разности результатов параллельных определений (d) и результатов двух анализов (D) при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2 — Допускаемые расхождения

В процентах

Массовая доля свинца	d	D
От 20,00 до 25,00 включ	0,27	0,36
Св 25,00 " 30,00	0,30	0,40
" 30,00 " 35,00 "	0,34	0,43
" 35,00 " 40,00 "	0,37	0,46
" 40,00 " 45,00 "	0,40	0,49
" 45,00 " 50,00 "	0,45	0,52
" 50,00 " 55,00 "	0,48	0,55
" 55,00 " 60,00 "	0,52	0,59
" 60,00 " 65,00 "	0,55	0,62
" 65,00 " 70,00 "	0,59	0,65
" 70,00 " 75,00 "	0,62	0,68
" 75,00	0,65	0,70

8.4 Отчет об анализе должен содержать:

— данные, необходимые для характеристики пробы;

— ссылку на настоящий стандарт;

— результаты анализа;

— описание любых отклонений от нормы, замеченных при проведении анализа;

— указание на проведение в процессе анализа любых операций, не предусмотренных настоящим стандартом.

УДК 622—15.546.815:546.815.001.4:006.354 ОКС 73.060 А39 ОКСТУ 1725

Ключевые слова: концентраты свинцовые, методы анализа, свинец

Редактор *Р С Федорова*
Технический редактор *В Н Прусакова*
Корректор *М С Кабашова*
Компьютерная верстка *Е Н Мартемьянова*

Изд. лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 19 04 96 Подписано в печать 26 06 96
Усл печ л 0,70 Уч -изд л 0,43 Тираж 289 экз С3549 Зак 298

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник"
Москва, Лялин пер , 6

gost.e-ecolog.ru