

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н И Й С Т А Н Д А Р Т

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЕ, КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ
И АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОДЫ
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ И ЦИНКА

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
М о с к в а

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н -
Д А Р Т

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

**Полярографические, комплексонометрический
и атомно-абсорбционный методы определения меди и цинка**

**ГОСТ
14047.2-78**

Determination of copper and zinc by polarographic;
complexometric and atomic absorption methods

ОКСТУ 1725

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на свинцовые концентраты всех марок и устанавливает полярографические и комплексонометрический методы определения массовой доли меди и цинка до 25 % каждого и атомно-абсорбционный метод определения массовой доли меди и цинка до 5 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов состава свинцового концентрата, методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных по разным методикам, приведенным в настоящем стандарте, не реже одного раза в месяц, а также при смене реагентов, растворов, после длительного перерыва в работе.

Контроль правильности результатов анализа по стандартным образцам проводят одновременно с анализом проб путем воспроизведения содержания определяемого компонента в стандартном образце. При этом содержание определяемого компонента в стандартном образце и анализируемой пробе не должно отличаться более чем в два раза.

Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений принимают за воспроизведенное содержание определяемого компонента в стандартном образце.

Расхождения между результатами параллельных определений при анализах стандартного образца не должны превышать допускаемых.

Результаты анализа проб считаются правильными, если воспроизведенное содержание определяемого компонента в стандартном образце отличается от аттестованной характеристики не более чем на половину допускаемого расхождения между результатами параллельных определений.

Контроль правильности результатов анализа методом добавок осуществляют нахождением содержания определяемого компонента в концентрате после добавления аликовой части стандартного раствора определяемого компонента к пробе до проведения анализа.

Величину добавки (объем стандартного раствора) выбирают таким образом, чтобы она составляла 50—100 % содержания анализируемого компонента в пробе.

Среднее арифметическое результатов параллельных определений принимают за содержание данного компонента в пробе с добавкой.

Расхождения между результатами параллельных определений в пробе с добавкой не должны превышать допускаемых.

Найденную величину добавки рассчитывают как разность между содержанием определяемого компонента в пробе (C_{n+1}) и результатами анализа пробы (C_n).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

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

С. 2 ГОСТ 14047.2—78

Результаты анализа считаются правильными, если найденная величина добавки отличается от введенной ее величины не более чем на

$$0,5 \sqrt{d_n^2 + d_{n+d}^2},$$

где d_n и d_{n+d} — допускаемые расхождения результатов параллельных определений в пробе и в пробе с добавкой.

При контроле правильности сопоставлением результатов анализа, полученных по разным методикам, приведенным в настоящем стандарте, результаты считаются правильными, если разность (по модулю) между результатами основного и контрольного методов не превышает величины

$$0,5 \sqrt{d_1^2 + d_2^2},$$

где d_1 и d_2 — допускаемые расхождения между результатами параллельных определений основного и контрольного методов соответственно.

1.1, 1.2. (Измененная редакция, Изм. № 3).

1.3. Допускается применение методов анализа, не уступающих по точности изложенным в настоящем стандарте.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

Ia. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Ia.1. Требования безопасности — по ГОСТ 14047.5.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ МЕДИ до 2 % И ЦИНКА до 5 %)

Методы основаны на полярографическом определении меди и цинка на хлоридно-натриевом фоновом электролите или после отделения свинца в виде сернокислой соли на аммонийно-аммиачном фоновом электролите.

2.1. Полярографический метод на хлоридно-натриевом фоновом электролите

2.1.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа применяют:

полярограф переменного тока любой марки (классическая схема) или осциллографический типа ПО-5122.

кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную 1 : 1;

кислоту соляную по ГОСТ 3118;

кислоту серную по ГОСТ 4204 и разбавленную 1 : 20;

аммоний фтористый по ГОСТ 4518;

гидразин дигидрохлорид по ГОСТ 22159;

калий бромистый по ГОСТ 4160, раствор 40 г/дм³;

натрий фосфорноватистокислый (гипофосфит натрия) по ГОСТ 200;

натрий хлористый по ГОСТ 4233;

медь марки М0 по ГОСТ 859;

цинк по ГОСТ 3640;

хлоридный раствор; готовят следующим образом: в склянку вместимостью 2 дм³ помещают 400 г хлористого натрия, 10 см³ соляной кислоты, доливают водой до объема 2 дм³ и перемешивают до растворения соли;

электролит фоновый; готовят следующим образом: в бутыль вместимостью 10 дм³ помещают 2 кг хлористого натрия, 100 г гидразина дигидрохлорида или 50 г гипофосфита натрия, 50 см³ соляной кислоты, доливают водой до объема 10 дм³ и перемешивают до растворения солей;

стандартные растворы меди и цинка:

раствор А меди; готовят следующим образом: навеску меди массой 0,2000 г растворяют при нагревании в 10 см³ разбавленной 1 : 1 азотной кислоты и выпаривают до влажной соли. Приливают

10 см³ соляной кислоты и снова и выпаривают до влажного остатка. Операцию выпаривания с соляной кислотой повторяют. К остатку приливают 200 см³ хлоридного раствора, нагревают до растворения соли, раствор охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают хлоридным раствором до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,2 мг меди;

раствор Б меди и цинка; готовят следующим образом: навески цинка массой 2,0000 г и меди массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 1 дм³, приливают 50 см³ разбавленной 1 : 1 азотной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Приливают 20 см³ соляной кислоты и снова выпаривают до влажного остатка. Операцию выпаривания с 20 см³ соляной кислоты повторяют. Далее поступают, как указано при приготовлении раствора А.

1 см³ раствора Б содержит 1 мг меди и 2 мг цинка;

растворы с известным содержанием меди и цинка; готовят следующим образом: в 10 мерных колб вместимостью по 1000 см³ отмеривают пипеткой или бюреткой, согласно табл. 1, необходимые стандартные растворы А или Б, доливают до метки фоновым электролитом и перемешивают. Содержания меди и цинка в растворах указаны в табл. 1.

Таблица 1

Количество стандартного раствора, см ³		Концентрация в растворе, мг/дм ³	
А	Б	меди	цинка
1	—	0,2	—
2,5	—	0,5	—
5	—	1	—
10	—	2	—
—	5	5	10
—	10	10	20
—	20	20	40
—	40	40	80
—	60	60	120

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.1.2. Проведение анализа

2.1.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, смачивают водой, прибавляют около 0,5 г фтористого аммония, перемешивают и растворяют при умеренном нагревании в 20 см³ соляной кислоты в течение 14—15 мин. Затем приливают 15 см³ азотной кислоты и продолжают нагревание до уменьшения объема раствора до 5—6 см³. К раствору приливают 10 см³ разбавленной 1 : 1 серной кислоты и выпаривают до обильного выделения паров серной кислоты. Для концентратов, содержащих органические вещества, при выпаривании с серной кислотой приливают по каплям азотную кислоту до просветления раствора.

Остаток охлаждают, приливают 40—45 см³ воды и содержимое колбы кипятят в течение 14—15 мин, охлаждают в проточной воде в течение 15 мин для полного осаждения сульфата свинца. Далее раствор фильтруют через плотный фильтр, содержащий фильтробумажную массу. Колбу и фильтр с осадком промывают 5—6 раз разбавленной 1 : 20 серной кислотой. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Отбирают из мерной колбы 20 см³ фильтрата в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ раствора бромистого калия и выпаривают досуха. К остатку приливают 50 см³ фонового электролита, кипятят 1 мин, охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают фоновым электролитом до метки и перемешивают.

Часть раствора заливают в электролизер и проводят полярографирование меди и цинка на осциллографическом или переменно-токовом (режим переменно-токовый) полярографе при потенциалах пиков соответственно минус 0,26 и минус 1,04 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. Одновременно проводят полярографирование растворов с известным содержанием меди и цинка и контрольного опыта. Для обработки результата анализа берут такие растворы с известным содержанием меди и цинка, которые дают пики, совпадающие в пределах $0 \pm 8\%$ с пиками растворов концентрата.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

С. 4 ГОСТ 14047.2—78

2.1.3. Обработка результатов

2.1.3.1. Массовую долю меди или цинка (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{H \cdot V \cdot 100}{K \cdot m \cdot 10^3},$$

где H — высота волны меди или цинка анализируемого раствора за вычетом высоты волны контрольного опыта, мм;

V — объем мерной колбы, см³;

K — среднее значение отношений высот волни, полученных при полярографировании растворов с известным содержанием меди или цинка, к концентрации этих же растворов, $\frac{\text{мм}}{\text{мг/дм}^3}$;

m — масса навески концентратов, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.1.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и допускаемое расхождение между результатами анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2 при определении меди, и в табл. 2а — при определении цинка.

Таблица 2

Массовая доля меди	Допускаемое расхождение между		Массовая доля меди	Допускаемое расхождение между	
	параллельными определениями	результатами анализа		параллельными определениями	результатами анализа
От 1,0 до 0,2	0,03	0,04	Св. 3 до 10	0,15	0,20
Св. 0,2 » 0,4	0,04	0,06	» 10 » 20	0,20	0,25
» 0,4 » 1	0,05	0,07	» 20 » 25	0,25	0,35
» 1 » 3	0,10	0,14			

Таблица 2а

Массовая доля цинка	Допускаемое расхождение между		Массовая доля цинка	Допускаемое расхождение между	
	параллельными определениями	результатами анализа		параллельными определениями	результатами анализа
От 0,2 до 0,5	0,03	0,04	Св. 3 до 7	0,25	0,30
Св. 0,5 » 1	0,06	0,08	Св. 7 » 9	0,30	0,35
» 1 » 2	0,08	0,10	» 9 » 12	0,35	0,40
» 2 » 3	0,15	0,20	» 12 » 25	0,40	0,45

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.2. Полярографический метод на аммонийно-аммиачном фоновом электролите

2.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа применяют:

полярограф переменного тока любой марки (классическая схема) или осциллографический типа ПО-5122;

кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную 1 : 1;

кислоту солянную по ГОСТ 3118 и 5 %-ную (по объему);

кислоту серную по ГОСТ 4204 и разбавленную 1 : 20;

аммиак водный по ГОСТ 3760;

аммоний фтористый по ГОСТ 4518;

желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 20 г/дм³ свежеприготовленный;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773;

железо треххлористое 6-водное по ГОСТ 4147, раствор 50 г/дм³ готовят на 5 %-ной (по объему) соляной кислоте;

сульфат натрия кристаллический;
медь марки М0 по ГОСТ 859;
цинк по ГОСТ 3640;

электролит фоновый; готовят следующим образом: в бутыль вместимостью 10 дм³ помещают 1 кг хлористого аммония, приливают около 5 дм³ воды, 200 см³ раствора желатина, 1 дм³ аммиака, разбавляют до объема 10 дм³ водой и перемешивают;

стандартные растворы меди и цинка:

раствор А меди; готовят следующим образом: навеску меди массой 0,2000 г растворяют при нагревании в 10 см³ разбавленной 1 : 1 азотной кислоты и выпаривают до влажной соли. Приливают 10 см³ соляной кислоты и снова выпаривают до влажного остатка. Операцию выпаривания с соляной кислотой повторяют. К остатку приливают 50 см³ соляной кислоты, 100 см³ воды, перемешивают, охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,2 мг меди;

раствор Б меди и цинка; готовят следующим образом: навески цинка массой 4,0000 г меди массой 2,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 1 дм³, приливают 50 см³ разбавленной 1 : 1 азотной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Приливают 20 см³ соляной кислоты и снова выпаривают до влажного остатка. Далее поступают, как указано в прописи приготовления раствора А меди.

1 см³ раствора Б содержит 2 мг меди и 4 мг цинка;

растворы с известным содержанием меди и цинка; готовят следующим образом: в 10 конических колб вместимостью по 750 см³ отмеривают пипеткой или бюреткой согласно табл. 2 и 2а стандартные растворы А или Б, раствор хлорного железа, приливают 5 %-ную (по объему) соляную кислоту до объема 150 см³, нагревают до 75—80 °С и при энергичном перемешивании приливают 450—500 см³ фонового электролита. Содержимое колб охлаждают, количественно переливают в мерные колбы вместимостью 1000 см³, приливают по 100 см³ раствора сульфита натрия, доливают до метки фоновым электролитом и перемешивают. Растворы переливают в конические колбы вместимостью 1 дм³, накрывают часовыми стеклами и выдерживают в течение 30 мин без перемешивания. Отстоявшиеся растворы осторожно сливают с осадков в чистые и сухие склянки вместимостью 1 дм³ с притертными пробками. Содержания меди и цинка в растворах указаны в табл. 3.

Таблица 3

Количество стандартного раствора, см ³		Количество 5 %-ных растворов, см ³		Концентрация в растворе, мг/дм ³	
А	Б	FeCl ₃	HCl	меди	цинка
1	—	30	120	0,2	—
2,5	—	30	120	0,5	—
5	—	30	115	1	—
—	5	30	115	10	20
—	10	30	110	20	40
—	20	30	—	40	80
—	30	30	—	60	120

Растворы с известным содержанием меди и цинка применяют в течение 5—6 суток от начала приготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.2.2. Проведение анализа

2.2.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 0,2000—0,5000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, смачивают водой, прибавляют около 0,2 г фтористого аммония, перемешивают и растворяют при умеренном нагревании в 10 см³ соляной кислоты в течение 6—7 мин. Затем приливают 5 см³ азотной кислоты и продолжают выпаривать почти досуха. Приливают 5 см³ соляной кислоты и снова выпаривают почти досуха. Операцию выпаривания с соляной кислотой повторяют.

К сухому остатку, содержащему до 2,5; 5; 7,5 или 10 % железа, отмеривают соответственно 2,5; 2; 1,5 или 1 см³ раствора треххлористого железа, приливают до объема 15 см³ 5 %-ную соляную кислоту, нагревают до температуры 75—80 °С, приливают при энергичном перемешивании аммо-

С. 6 ГОСТ 14047.2—78

нийно-аммиачный фоновый электролит, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора сульфита натрия, доливают до метки фоновым электролитом и перемешивают.

Часть раствора без осадка заливают в электролизер и проводят полярографирование меди и цинка на осциллографическом или переменно-токовом полярографе при потенциалах пиков соответственно минус 0,52 и минус 1,44 В по отношению к насыщенному каломельному электроду. Одновременно проводят полярографирование растворов с известным содержанием меди и цинка и контрольного опыта. Для подсчета результатов анализа берут такие растворы с известным содержанием меди и цинка, которые дают пики, совпадающие в пределах 0 ± 8 % с пиками растворов концентрата.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.2.3. Обработка результатов

2.2.3.1. Обработку результатов анализа проводят, как указано в п. 2.1.3.

3. КОМПЛЕКСНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ МЕДИ свыше 2 % И ЦИНКА свыше 5 %)

Метод основан на титровании раствором трилона Б при pH 5,6—5,8 ионов меди в присутствии индикатора тетра и ионов цинка с ксиленоловым оранжевым после предварительного отделения свинца в виде сульфата, меди в виде полусернистой, железа и алюминия в виде гидроокисей; оставшиеся следы алюминия маскируют фторидом аммония (натрия).

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа применяют:

печь муфельную, обеспечивающую температуру нагрева 1000 °C;
термометр термоэлектрический хромель-альюмелевый;
тигли фарфоровые низкие по ГОСТ 9147;
кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную 1 : 1;
кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1 : 1 и 1 : 20;
кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1 : 1;
кислоту уксусную по ГОСТ 61;
аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1 : 1;
аммоний роданистый, 5 %-ный раствор;
аммоний сернокислый по ГОСТ 3769;
аммоний хлористый по ГОСТ 3773 и раствор 20 г/дм³;
аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 150 г/дм³;
аммоний фтористый по ГОСТ 4518 или натрий фтористый по ГОСТ 4463;
медь марки М0 по ГОСТ 859;
цинк марки Ц0 по ГОСТ 3640;
натрия тиосульфат кристаллический, раствор 200 г/дм³;
буферный раствор; готовят следующим образом: к раствору уксуснокислого аммония приливают уксусную кислоту до установления pH 5,6—5,8 (на 1 дм³ раствора требуется примерно 30 см³ уксусной кислоты); pH раствора проверяют с помощью pH-метра;
ксиленоловый оранжевый, 0,5 %-ный раствор;
метиловый оранжевый (пара — диметиламиноазобензолсульфокислый натрий), 0,1 %-ный раствор;
тетра (динатриевая соль бис-тетразолилазо-этилацетата), 0,2 %-ный раствор;
соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,05 M раствор; готовят следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в воде. Если раствор мутный, его фильтруют, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. Титр раствора трилона Б по меди устанавливают следующим образом: навеску меди массой 0,1000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и слегка подогревают до полного растворения меди. Раствор упаривают до объема 3—5 см³, приливают 45—50 см³ воды и кипятят 2—3 мин. Далее продолжают, как описано в п. 3.2.1 при анализе проб. При установке титра раствора трилона Б по цинку поступают следующим образом: навеску цинка массой 0,0500 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и оставляют в теплом месте 1—2 ч до полного растворения цинка. Раствор разбавляют водой до объема 200 см³, прибав-

ляют около 8 г сернокислого аммония, 1—2 г фтористого аммония, 2—3 капли раствора индикатора ксиленолового оранжевого и нейтрализуют разбавленным 1 : 1 раствором амиака до появления бледно-розовой окраски. Прибавляют 30—40 см³ буферного раствора и титруют цинк 0,05 М раствором трилона Б до перехода окраски раствора из красно-фиолетовой в желтую.

Титр раствора трилона Б (T) по меди или цинку вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески меди или цинка, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 0,5000—1,0000 г (в зависимости от содержания меди и цинка) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 0,5—1 г фтористого аммония и растворяют при слабом нагревании в 15 см³ соляной кислоты в течение 10—15 мин. Затем приливают 5 см³ азотной кислоты и продолжают нагревание до полного разложения навески и уменьшения объема раствора до 3—5 см³. К раствору приливают 10 см³ разбавленной 1 : 1 серной кислоты и выпаривают его до обильного выделения белых паров серной кислоты. Остаток охлаждают, осторожно обмывают стенки колбы 5 см³ соляной кислоты и повторяют выпаривание. После охлаждения приливают 70—80 см³ воды и кипятят в течение 3—5 мин. Раствор с осадком охлаждают и оставляют на 1 ч, затем фильтруют через тампон из фильтробумажной массы.

Колбу и осадок на фильтре промывают сначала 3—4 раза серной кислотой, разбавленной 1 : 20, а затем 7—8 раз водой. Объем фильтрата должен быть 130—140 см³.

К фильтрату (может быть использован фильтрат после отделения сульфата свинца) прибавляют 1 г хлористого аммония, нагревают до 70—80 °C, приливают амиак до выпадения гидроокиси железа и 10 см³ в избыток. Подогревают до коагуляции осадка, фильтруют через неплотный фильтр и промывают колбу и фильтр с осадком 3—4 раза раствором хлористого аммония, нагретым до 70—80 °C. Осадок смывают с фильтра водой в колбу, в которой велось осаждение гидроокисей, приливают серную кислоту, разбавленную 1 : 1, до растворения осадка и повторяют осаждение гидроокисей, как в первый раз, из объема 50—60 см³. Осадок отфильтровывают на тот же фильтр и промывают его 5—6 раз раствором хлористого аммония, нагретым до 70—80 °C. Осадок может быть использован для определения содержания железа по ГОСТ 14047.8.

Объединенный фильтрат кипятят почти до полного удаления амиака, нейтрализуют по метиловому оранжевому серной колотой, разбавленной 1 : 1, и добавляют в избыток 10 см³ на объем 200—250 см³. Нагревают до кипения и прибавляют 10—20 см³ горячего раствора тиосульфата натрия. Содержимое колбы кипятят до полной коагуляции осадка.

Осадок полусернистой меди быстро фильтруют через неплотный фильтр и промывают 7—8 раз горячей водой. Кусочком фильтровальной бумаги с помощью стеклянной палочки с резиновым наконечником вытирают стенки колбы и присоединяют этот кусочек к осадку. Фильтрат сохраняют для определения цинка.

Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, на дно которого положен кусочек фильтровальной бумаги, сушат, озолят и затем прокаливают в муфельной печи при температуре 500—600 °C в течение 15—20 мин при хорошем доступе воздуха.

Тигель охлаждают, осадок пересыпают (без применения кисточки) в колбу вместимостью 250 см³, приливают 5—10 см³ горячей азотной кислоты и столько же воды.

Остатки окиси меди в тигле растворяют при нагревании в азотной кислоте. С этой целью в тигель прибавляют 3—4 см³ азотной кислоты и ставят его на соответствующую колбу. Колбу с содержимым нагревают до кипения; при этом осадок в тигле полностью растворяется. Полученный раствор переливают в колбу, тигель тщательно обмывают горячей водой.

Колбу нагревают до полного растворения окиси меди, затем раствор осторожно упаривают до объема 5—10 см³, приливают 45—50 см³ воды, кипятят 2—3 мин.

Раствор охлаждают, нейтрализуют амиаком, разбавленным 1 : 1, до полного перехода меди в синий амиачный комплекс. Приливают 30 см³ буферного раствора с pH 5,6—5,8, разбавляют водой до 120—150 см³, добавляют 4—5 капель индикатора тетра и титруют медь раствором трилона Б до перехода вишневой окраски раствора в неизменяющуюся зеленую или желто-зеленую, в зависимости от содержания меди.

Фильтрат после отделения меди охлаждают, прибавляют 1—2 г фтористого аммония или

С. 8 ГОСТ 14047.2—78

фтористого натрия, 1—2 капли раствора ксиленолового оранжевого и нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1 : 1, до появления бледно-розовой окраски. Затем приливают 30 см³ буферного раствора с pH 5,6—5,8 и титруют цинк раствором трилона Б до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в желтую.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.3. Оработка результатов

3.3.1. Массовую долю меди или цинка (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

где T — титр раствора трилона Б по меди или цинку, г/см³;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески концентрата, г.

3.3.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2 при определении меди и в табл. 2а при определении цинка.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ МЕДИ И ЦИНКА до 5 %)

Метод основан на поглощении аналитических линий меди 324,8 нм и цинка 213,9 нм при введении анализируемых и градуировочных растворов в окислительное воздушно-ацетиленовое пламя.

Пробы концентрата предварительно переводят в раствор кислотным разложением.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки с источником излучения для меди и цинка;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и растворы 1 : 1 и 1 : 5;

кислоту азотную по ГОСТ 4461;

медь по ГОСТ 859;

цинк по ГОСТ 3640;

стандартные растворы;

раствор А меди; готовят следующим образом: 1,0000 г меди растворяют при нагревании в 30 см³ азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 10 см³ азотной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг меди;

раствор Б меди; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг меди;

раствор В цинка; готовят следующим образом: 1,0000 г цинка растворяют при слабом нагревании в 40 см³ раствора соляной кислоты 1 : 1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 1 мг цинка;

раствор Г меди и цинка; готовят следующим образом: 5 см³ растворов А и В переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Г содержит по 0,05 мг меди и цинка;

раствор Д меди и цинка; готовят следующим образом: 40 см³ раствора Г переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Д содержит по 0,02 мг меди и цинка.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску свинцовового концентрата массой 0,2000 г (1,0000 г при массовой доле меди ≤ 0,05 %) помещают в стакан вместимостью 250 см³. Приливают 15 см³ (30 см³) соляной кислоты и 5 см³ (10 см³) азотной кислоты, нагревают и выпаривают досуха. Добавляют 5 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³. Доливают до метки водой и перемешивают.

При массовой доле меди и цинка более 1 % поступают следующим образом:

для определения меди аликовтную часть раствора, равную 20 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты 1 : 5, доводят до метки водой и перемешивают; для определения цинка аликовтную часть раствора, равную 10 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 25 см³ раствора соляной кислоты 1 : 5, доводят до метки водой и перемешивают.

При массовой доле меди и цинка менее 1 % для анализа используют весь раствор пробы.

Измеряют поглощение аналитических линий меди 324,8 нм и цинка 213,9 нм в окислительном пламени ацетилен-воздух в анализируемых и градуировочных растворах.

4.3. Для построения градуировочного графика в 9 мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеривают последовательно 2,0; 3,0; 5,0 и 7,5 см³ стандартного раствора Д, 6,0 и 8,0 см³ стандартного раствора Г и 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,4; 0,6; 1,0; 1,5; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 мг/дм³ меди и 0,4; 0,6; 1,0; 1,5; 3,0 и 4,0 мг/дм³ цинка (в колбах № 1—6). Добавляют в каждую колбу по 10 см³ раствора соляной кислоты 1 : 5, доливают водой до метки и перемешивают. По результатам поглощения строят градуировочный график в координатах: концентрация меди или цинка в растворе — поглощение аналитической линии меди или цинка.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю меди или цинка (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{B \cdot V}{m \cdot 10000},$$

где B — концентрация меди или цинка в растворе, найденная по градуировочному графику, мг/дм³;

V — объем мерной колбы, см³;

m — масса навески концентрата, г.

4.4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и между результатами анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать величины, указанной в табл. 2 и 2а.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

М.Г. Саюн, К.Ф. Гладышева, В.И. Лысенко, Р.Д. Коган, Р.А. Пестова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.08.78 № 2310

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1153-78

4. ВЗАМЕН ГОСТ 14047.2-68

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 61-75	3.1	ГОСТ 4233-77	2.1.1
ГОСТ 200-76	2.1.1	ГОСТ 4461-77	2.1.1, 2.2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 859-78	2.1.1, 2.2.1, 3.1, 4.1	ГОСТ 4463-76	3.1
ГОСТ 3117-78	3.1	ГОСТ 4518-75	2.1.1, 2.2.1
ГОСТ 3118-77	2.1.1, 2.2.1, 3.1, 4.1	ГОСТ 9147-80	3.1
ГОСТ 3640-94	2.1.1, 2.2.1, 3.1, 4.1	ГОСТ 10652-73	3.1
ГОСТ 3760-79	2.2.1, 3.1	ГОСТ 11293-89	2.2.1
ГОСТ 3769-78	3.1	ГОСТ 14047.5-78	1а.1
ГОСТ 3773-72	2.2.1, 3.1	ГОСТ 14047.8-78	3.2.1
ГОСТ 4147-74	2.2.1	ГОСТ 22159-76	2.1.1
ГОСТ 4160-74	2.1.1	ГОСТ 27329-87	1.1
ГОСТ 4204-77	2.1.1, 2.2.1, 3.1		

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

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в феврале 1981 г., июле 1984 г., июне 1989 г. (ИУС 5-81, 11-84, 10-89)

Редактор Т.С. Шеко
 Технический редактор Н.С. Гришанова
 Корректор М.И. Первика
 Компьютерная верстка С.В. Рыбовой

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.04.99. Подписано в печать 20.04.99. Усл.печ.л. 1.40. Уч.-изд.л. 1.20.
 Тираж 129 экз. С 2645. Зак. 899.

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