

Изменение № 1 ГОСТ 14047.12—78 Концентраты свинцовые. Метод определения содержания окисей кальция и магния

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.07.84 № 2443 срок введения установлен

с 01.01.85

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Концентраты свинцовые. Титриметрический, гравиметрический и атомно-абсорбционный методы определения окисей кальция и магния

Lead concentrates. Determination of calcium oxide and magnesium oxide. Titrimetric, gravimetric and atomic absorption methods».

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: мл на см³, л на дм³.

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на свинцовые концентраты всех марок и устанавливает титриметрический метод для определения массовой доли окиси кальция, гравиметрический — окиси магния и атомно-абсорбционный — для окисей кальция и магния от 0,2 до 5 %».

При возникновении разногласий в оценке качества свинцового концентрата по показателю содержания окисей кальция и магния, определение проводят гравиметрическим методом».

Пункт 1.1. Заменить слово: «методу» на «методам».

Раздел I дополнить пунктами — 1.2, 1.3: «1.2. Разложение свинцового концентрата для определения окисей кальция и магния методом атомно-абсорбционной спектроскопии проводят в фторопластовой или кварцевой посуде. Для хранения стандартного и градуировочных растворов используют кварцевую или полиэтиленовую посуду.

(Продолжение см. стр. 66)

(Продолжение изменения к ГОСТ 14047.12—78)

1.3. При определении окисей кальция и магния методом атомно-абсорбционной спектрометрии устанавливают такие условия измерений (высоту пламени горелки, газовый состав пламени, ширину щели), чтобы достигнуть оптимальных параметров по чувствительности и правильности для соответствующего компонента и прибора.

Стандарт дополнить разделом — 1а:

«1а. Требования безопасности

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 14047.5—78».

Раздел 2. Заменить наименование и дополнить вводной частью:

«2. Титриметрический и гравиметрический методы

Метод основан на осаждении кальция в виде оксалата с последующим титрованием оксалат-ионов перманганатом калия. В фильтрате от оксалата кальция осаждают магний в виде фосфата магния-аммония и после прокаливания взвешивают.

Мешающие определению элементы (свинец, цинк, медь, железо, марганец и др.) предварительно осаждают тиацетамидом».

Пункт 2.1 дополнить наименованием: «2.1. Аппаратура, реактивы и растворы»;

заменить ссылку и слова: ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79, «0,1 н. раствор» на «раствор с $(\frac{1}{5}\text{-KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ »;

после слова «азотнокислый» дополнить ссылкой: «по ГОСТ 22867—77».

Пункт 3.2. Четвертый абзац. Заменить слова: «0,1 н. раствором марганцовокислого калия» на «раствором марганцовокислого калия 0,1 моль/дм³».

(Продолжение см. стр. 67)

Пункт 4.1. Второй абзац. Заменить значение: 0,1 н. на 0,1 моль/дм³.
Стандарт дополнить разделом — 5:

«5. Атомно-абсорбционный метод

Метод основан на измерении поглощения концентрата линий кальция 422,7 нм и магния 285,2 нм при введении растворов концентратов и стандартных растворов в пламя ацетилен-воздух. Свинцовый концентрат предварительно переводят в раствор кислотным разложением.

5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

5.1.1. Для проведения анализа применяют:
спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки;
воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5$ — $6 \cdot 10^5$ Па (5—6 атм.);
ацетилен в баллонах;

стаканы фторопластовые вместимостью 200 см³;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;

кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484—78;

бром жидкий по ГОСТ 4109—79;

кальций углекислый по ГОСТ 4530—76;

магния окись по ГОСТ 4526—75;

лантана окись (хлористый или углекислый), раствор 5 г/дм³; навеску хлористого, углекислого лантана или его окиси растворяют в 5—10 см³ соляной кислоты, разбавляют до 1000 см³ водой и перемешивают. В растворе лантана определяют методом добавок массовую долю окисей кальция и магния;

стандартный раствор окиси кальция А: углекислый кальций сушат в сушильном шкафу при температуре 100 °С в течение 1 часа, затем помещают в эксикатор. Из остывшего порошка углекислого кальция берут навеску массой 1,785 г, помещают в стеклянный стакан, вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг окиси кальция;

стандартный раствор окиси магния Б: окись магния прокалывают в муфеле при температуре 600—800 °С в течение 1 часа, затем помещают в эксикатор. Из остывшего порошка окиси магния берут навеску массой 1,0 г, помещают в стеклянный стакан, растворяют в 15 см³ соляной кислоты при нагревании, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 1 мг окиси магния;

стандартный раствор Г: отбирают по 20 см³ растворов А и Б, помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Г содержит по 0,1 мг окисей кальция и магния.

5.2. Проведение анализа

5.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 1,0 г помещают во фторопластовый стакан вместимостью 200 см³, приливают 30 см³ смеси соляной и фтористоводородной кислот (15:1), 10 см³ азотной кислоты, 1—2 см³ брома, закрывают крышкой из фторопласта и оставляют на бортике плиты в течение 30 мин, затем стакан ставят на плиту, отгоняют бром и выпаривают досуха.

Приливают 10 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. После этого приливают по 20 см³ воды и соляной кислоты, нагревают до растворения солей, переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³, добавляют 10 см³ раствора лантана, доводят до метки водой, перемешивают и переливают во фторопластовый стакан, в котором проводилось разложение. Стакан закрывают фторопластовой крышкой. Параллельно проводят контрольный опыт. Растворы контрольного опыта можно оставлять в стеклянных колбах, не переливая во фторопластовую посуду.

Для определения окисей кальция и магния анализируемые стандартные растворы и растворы контрольного опыта распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют величины поглощения линий кальция 422,7 и магния 285,2 нм.

(Продолжение см. стр. 68)

Используют два способа измерения поглощения в зависимости от модели прибора.

На спектрофотометрах, имеющих режим работы «концентрация», работают либо в режиме «концентрация», градуируя прибор по одному, двум или трем растворам для построения градуировочного графика, или в режиме «поглощение» методом «ограничивающих растворов», а также методом «трех эталонов». На остальных приборах работают в режиме «поглощение» одним из перечисленных выше методов. При работе в режиме «концентрация» на табло прибора получают результат в мкг/см^3 , при использовании режима «поглощение» работают с записью на самопишущем потенциометре или со снятием показания по стрелочному или цифровому прибору. Метод «ограничивающих растворов» заключается в получении отсчетов для раствора пробы и двух растворов для построения градуировочного графика, один из которых дает больший, а другой — меньший отсчет по сравнению с отсчетом для раствора пробы.

Массовую долю окисей кальция или магния определяют по градуировочному графику.

Из раствора концентрата можно также определить алюминий. Для этого аликвотную часть раствора 25 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 , добавляют $1,5 \text{ см}^3$ раствора хлористого калия и 2 см^3 соляной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

5.2.2. Готовят растворы для построения градуировочного графика, содержащие 2, 5, 10, 25, 50, 75 и 100 мкг/см^3 окисей кальция и магния: в каждую из семи мерных колб вместимостью 200 см^3 переносят по одной из аликвотных частей: 4, 10, 20 см^3 раствора Г и по 5, 10, 15, 20 см^3 растворов А и Б. Затем во все колбы добавляют по 15 см^3 соляной кислоты, доводят до метки водой и перемешивают.

5.3. Обработка результатов

5.3.1. Если измерение проводилось с записью на самопишущем потенциометре, то линейкой измеряют высоту пиков в мм и строят градуировочный график в координатах: С — массовая доля окиси кальция или магния в растворе в мкг/см^3 — L — высота пиков в мм.

При измерении поглощения линии кальция или магния по стрелочному или цифровому прибору градуировочный график строят в координатах: С — массовая доля окиси кальция или магния в растворе в мкг/см^3 — N — показания стрелочного или цифрового прибора.

5.3.2. Массовую долю окиси кальция или окиси магния (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V}{m \cdot 1000} \cdot 100,$$

где m_1 — массовая доля окиси кальция или магния в растворе пробы, мкг/см^3 ;

m_2 — массовая доля окиси кальция или магния в растворе контрольного опыта, мкг/см^3 ;

V — объем мерной колбы, см^3 ;

m — масса навески пробы концентрата, мг;

1000 — коэффициент пересчета мг в мкг .

5.3.3. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

(ИУС № 11 1984 г.)