

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

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА

Издание официальное

Б3 1-99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Ф.М. Мумджи (руководитель темы), З.С. Септар, И.В. Мартынова, С.А. Балахнина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.10.78 № 2769

3. ВЗАМЕН ГОСТ 11894-66

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 213-83	Вводная часть	ГОСТ 6552-80	2.1
ГОСТ 3118-77	2.1	ГОСТ 11884.15-82	1.2
ГОСТ 3760-79	2.1	ГОСТ 22861-93	2.1
ГОСТ 3773-72	2.1	ГОСТ 25086-87	1.3
ГОСТ 4147-74	2.1	ГОСТ 27329-87	1.1
ГОСТ 4461-77	2.1		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 4-93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4-94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1983 г., декабре 1989 г. (ИУС 3-84, 4-90)

Редактор Р.С. Федорова
Технический редактор Л.А. Кузнецова
Корректор А.С. Чернусова
Компьютерная верстка Л.А. Круговой

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 03.08.99. Подписано в печать 07.09.99. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,40.
Тираж 118 экз. С3609. Зак. 733.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

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

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

Метод определения свинца

Tungsten concentrate.
Method of determination of lead

ГОСТ
11884.11-78

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовые концентраты всех марок, предусмотренных ГОСТ 213, и устанавливает полярографический метод определения содержания свинца при массовой доле его от 0,005 до 0,5 %.

Метод основан на выделении свинца совместно с гидроокисью железа из фильтрата после отделения вольфрамовой кислоты и последующем полярографическом определении на фоне ортофосфорной и хлорной кислот.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329.
- 1.2. Требования безопасности — по ГОСТ 11884.15.
- 1.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляется с помощью стандартного образца состава вольфрамового концентратата ГСО 3459—86 или методом добавок по ГОСТ 25086 одновременно с каждой партией анализируемого материала, а также при замене реагентов, растворов, длительных перерывах в работе и других изменениях, влияющих на ход анализа.
- 1.4. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

- 2.1. Для проведения анализа применяют:
 - полярограф осциллографический типа ПО-5122 или переменного тока типа ППТ-1;
 - кислоту соляную по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации эквивалента 4 моль/дм³ и разбавленную 1:1;
 - кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную 1:3;
 - кислоту хлорную, раствор с массовой долей 30 %;
 - кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552, разбавленную 1:3;
 - аммиак водный по ГОСТ 3760;
 - аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор с массовой долей 5 %, содержащий 1 % аммиака (по объему);
 - железо хлорное по ГОСТ 4147, раствор с массовой долей 5 %;
 - свинец марки С0 по ГОСТ 22861;
 - стандартный раствор свинца, приготовленный следующим образом: 0,5 г свинца помещают в колбу вместимостью 250 см³ и приливают 25 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3. Раствор выпаривают до объема 2—3 см³, охлаждают, прибавляют 5 см³ соляной кислоты и снова выпаривают почти досуха. Операцию выпаривания с 5 см³ соляной кислоты повторяют. К остатку приливают 150 см³ раствора соляной кислоты молярной концентрации эквивалента 4 моль/дм³ и нагревают до

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

С. 2 ГОСТ 11884.11-78

растворения солей. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают той же кислотой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг свинца.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ азотной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают в течение 45 мин, не доводя до бурного кипения. Затем обмывают стекло над колбой 20—25 см³ воды, отфильтровывают нерастворимый остаток на фильтр с синей лентой и промывают 4—5 раз горячей водой, подкисленной азотной кислотой.

3.2. К фильтрату прибавляют аммиак до выделения гидроокиси железа (при анализе шеелитового концентрата перед прибавлением аммиака к раствору приливают 5 см³ раствора хлорного железа) и оставляют колбу в теплом месте до полной коагуляции осадка. Фильтруют раствор через фильтр с красной лентой и промывают осадок 5—6 раз горячим раствором хлористого аммония. Осадок смывают с развернутого фильтра горячей разбавленной 1:1 соляной кислотой в колбу, в которой произошло осаждение, и растворяют его при нагревании. Раствор выпаривают до получения влажного остатка, приливают 4 см³ хлорной кислоты и снова выпаривают до появления паров хлорной кислоты, приливают 30—40 см³ воды, нагревают до кипения и охлаждают. Содержимое колбы переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 28 см³ ортофосфорной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Часть раствора заливают в электролизер и полярографируют свинец в интервале потенциалов от минус 0,2 до минус 0,7 В по отношению к ртутному аноду ($E_{1/2} \text{ Pb} = 0,51 \text{ В}$).

3.3. Для приготовления стандартных растворов свинца в четыре колбы вместимостью 100 см³ отмеривают при помощи микробюrette 0,5; 1; 2 и 4 см³ стандартного раствора свинца, что соответствует концентрациям свинца 5; 10; 20 и 40 мг/дм³. Растворы выпаривают до получения влажного остатка, приливают 4 см³ хлорной кислоты, снова выпаривают до появления паров хлорной кислоты и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.2.

При работе на осциллографическом полярографе период капания ртути из капилляра 4—6 с, скорость подачи напряжения на электрическую ячейку 0,25—0,5 В/с, задержка 3—4 с.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{C \cdot H \cdot V \cdot 100}{H_1 \cdot m \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где C — массовая концентрация свинца в стандартном растворе, мг/дм³;
 H — высота пика свинца, полученная при полярографировании испытуемого раствора, мм;
 V — объем испытуемого раствора, дм³;
 H_1 — высота пика свинца, полученная при полярографировании стандартного раствора, мм;
 m — масса навески концентрата, г;

1000×1000 — коэффициенты пересчета граммов на миллиграммы и литров на миллилитры.

4.2. Максимальные расхождения между результатами параллельных определений и двумя результатами анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости (d_{cx}) и воспроизводимости (d_{bc}), приведенных в таблице.

Массовая доля свинца, %	Допускаемое расхождение, абс, %	
	d_{cx}	d_{bc}
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,020 »	0,003	0,004
» 0,020 » 0,050 »	0,004	0,005
» 0,050 » 0,100 »	0,008	0,010
» 0,10 » 0,20 »	0,02	0,03
» 0,20 » 0,50 »	0,04	0,05
» 0,50 » 1,00 »	0,08	0,10

(Измененная редакция, Изм. № 2).