

**ГРАФИТ**

Метод определения свинца

Graphite. Method for  
determination of lead**ГОСТ****17818.13—90**

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.07.91  
до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на скрытокристаллический графит и кристаллический графит, полученный при раздельном или совместном обогащении природных руд, графитсодержащих отходов металлургического и других производств, и устанавливает фотометрический метод определения свинца.

Сущность метода заключается в образовании красного комплексного соединения свинца с дитизоном и фотометрировании окрашенного раствора.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 17818.0.

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Фотоэлектрокалориметр по ГОСТ 12083.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Хлороформ (трихлорметан).

Дитизон (дифенилтиокарбазон) по ГОСТ 10165, раствор концентрации 0,04 г в 100 см<sup>3</sup> хлороформа (хранят в склянке из темного стекла) и растворы с концентрацией 0,01 и 0,002 г в 100 см<sup>3</sup>, приготовленные разбавлением хлороформом раствора с концентрацией 0,04 г в 100 см<sup>3</sup>.

Кальций азотнокислый по ГОСТ 4142, раствор концентрации 500 г/дм<sup>3</sup>, очищенный дитизоном следующим образом: 300 см<sup>3</sup> раствора помещают в делительную воронку вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают по каплям раствор аммиака до установления рН 6—7

по универсальной индикаторной бумажке и встряхивают с 10 см<sup>3</sup> раствора дитизона концентрации 0,01 г в 100 см<sup>3</sup>. Экстрагирование повторяют несколько раз до тех пор, пока последняя порция дитизона не будет иметь зеленую окраску. Избыток дитизона извлекают хлороформом, пока последняя порция хлороформа не будет бесцветной.

Стронций азотнокислый по ГОСТ 5429, раствор концентрации 10 г/дм<sup>3</sup>, очищенный дитизоном, как описано выше.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор концентрации 200 г/дм<sup>3</sup>, приготовленный растворением 200 г уксуснокислого аммония и 30 см<sup>3</sup> уксусной кислоты в 1 дм<sup>3</sup> раствора, очищенный дитизоном, как описано выше.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145, раствор концентрации 50 г/дм<sup>3</sup>, очищенный дитизоном, как описано выше.

Гидроксид натрия гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор концентрации 10 г/дм<sup>3</sup>, очищенный дитизоном, как описано выше.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236.

Стандартный раствор свинца: 0,1599 г перекристаллизованного и высушенного при (105±5) °С азотнокислого свинца растворяют в 300—400 см<sup>3</sup> воды с добавлением 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией свинца 0,1 мг/см<sup>3</sup> (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор свинца: отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией свинца 0,01 мг/см<sup>3</sup> (раствор Б).

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

#### Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> отмеривают бюреткой 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> градуировочного стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг свинца, приливают по 2 см<sup>3</sup> серной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты. Охлаждают, приливают по 10 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого стронция и устанавливают раствором аммиака рН 1 по универсальной индикаторной бумажке. Растворы нагревают до кипения, медленно приливают по 10 см<sup>3</sup> раствора сернокислого калия, кипятят 2—3 мин и оставляют на 2 ч. Осадок отфильтровывают на фильтр «синяя лента», промывают горячей водой, содержащей 1 см<sup>3</sup> сернокислого калия в 100 см<sup>3</sup>. Фильтрат отбрасывают. Фильтры с осадком разворачивают и помещают в стаканы вместимостью по 100 см<sup>3</sup>, приливают по 20 см<sup>3</sup> раствора аммония уксуснокислого, кипятят 10—15 мин и фильтруют через фильтр «синяя лента». Фильтр промывают два-три раза неболь-

шими порциями горячего раствора уксуснокислого аммония. Раствор переливают в делительную воронку вместимостью 100—150 см<sup>3</sup>, приливают по 20 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого кальция, по 1 см<sup>3</sup> раствора гидроксилamina гидрохлорида, по 3—4 капли тимолового синего и раствор аммиака до перехода окраски раствора из желтой в синюю, затем приливают по 2 см<sup>3</sup> хлороформного раствора дитизона с концентрацией 0,002 г в 100 см<sup>3</sup> раствора. Раствор встряхивают в течение 1 мин. Экстрагирование повторяют до тех пор, пока последняя порция нижнего органического раствора не станет фиолетовой или зеленой. Экстракты сливают в мерные колбы вместимостью по 25 см<sup>3</sup>, доливают хлороформом до метки и перемешивают. Раствор фотометрируют на фотоэлектрокалориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 500—560 нм, в кювете с толщиной калориметрируемого слоя 20 мм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий свинца, если он окрашен в розовый цвет. Если раствор сравнения окрашен в другой цвет, раствором сравнения служит хлороформ.

Градуировочный график строят по ГОСТ 17818.0.

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

От основного раствора, полученного при определении массовой доли меди по ГОСТ 17818.10, отбирают аликвотную часть 25 см<sup>3</sup> в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 2 см<sup>3</sup> серной кислоты и выпаривают до появления густых паров серной кислоты. Далее анализ продолжают, как указано в разд. 3.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, если он окрашен в розовый цвет. Если раствор сравнения окрашен в другой цвет, раствором сравнения служит хлороформ.

По величине оптической плотности по градуировочному графику определяют массу свинца в миллиграммах.

#### 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю свинца ( $X_{Pb}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Pb} = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где  $m_1$  — масса свинца, найденная по градуировочному графику, мг;

$V$  — объем основного раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески графита, г.

5.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,0003% при массовой доле свинца до 0,001% и 0,0005% при массовой доле свинца свыше 0,001%.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Концерном «Союзминерал»

## РАЗРАБОТЧИКИ

И. В. Суравенков, Л. А. Харлапчева (руководитель темы),  
С. Н. Шевцова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением  
Государственного комитета СССР по управлению качеством  
продукции и стандартам от 30.03.90 № 685

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 17818.13—75

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕН-  
ТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 61—75	2
ГОСТ 3117—75	2
ГОСТ 3760—79	2
ГОСТ 4142—77	2
ГОСТ 4145—74	2
ГОСТ 4201—77	2
ГОСТ 4236—77	2
ГОСТ 5429—74	2
ГОСТ 5456—79	2
ГОСТ 10165—79	2
ГОСТ 12083—78	2
ГОСТ 17818.0—90	1; 3
ГОСТ 17818.10—90	4