МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

Атомно-абсорбционный метод определения марганца и кобальта

Издание официальное

БЗ 1—2001

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 (протокол № 15—99 от 28.05.99)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Армения	Армгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 26 декабря 2000 г. № 414-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 14048.18—99 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2002 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

ИПК Издательство стандартов, 2001

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

Атомно-абсорбционный метод определения марганца и кобальта

Zinc concentrates.
Atomic-absorbtion method for determination of manganese and cobalt

Дата введения 2002—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения марганца от 0,1 % до 2 % и кобальта от 0,005 % до 0,1 % в цинковых концентратах всех марок.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.016—79 Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ

ГОСТ 123—98 Кобальт металлический. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4109—79 Бром. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 6008—90 Марганец металлический. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25363—82 Концентраты цинковые. Атомно-абсорбционные методы определения золота и серебра

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

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

3 Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения аналитических линий марганца 279,5, 279,8 или 280,1 нм и кобальта 240,7 или 347,4 нм при введении растворов проб и растворов сравнения в пламя ацетилен-воздух.

Пробы цинкового концентрата предварительно переводят в раствор кислотным разложением.

Издание официальное

4 Общие требования

4.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329.

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

4.3 Точность анализа контролируют по стандартным образцам цинковых концентратов методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных по разным стандартизованным методикам, не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов, растворов или после длительного перерыва в работе.

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

$Д$ — допускаемое расхождение между результатами анализов, %.

4.5 Для контроля точности анализа методом добавок определяют массовую долю определяемых элементов в концентрате после добавления аликвотной части стандартных растворов кобальта и марганца к пробе до проведения анализа.

Массу добавки выбирают таким образом, чтобы аналитический сигнал определяемых элементов увеличился в два-три раза по сравнению с аналитическим сигналом без добавки.

Массовую долю добавки вычисляют как разность массовых долей марганца (кобальта) с добавкой ($C_{п+д}$) и без добавки ($C_п$).

Анализ пробы считают точным, если найденная добавка отличается от введенной не более чем на $0{,}71\sqrt{Д_1^2 + Д_2^2}$, где $Д_1$ и $Д_2$ — допускаемые расхождения результатов анализа пробы и пробы с добавкой соответственно.

4.6 При проведении контроля точности анализа сопоставлением результатов, полученных по разным стандартизованным методикам, результаты считаются точными при выполнении соотношения $0{,}71\sqrt{Д_1^2 + Д_2^2}$, где $Д_1$ и $Д_2$ — допускаемые расхождения двух результатов анализа, значения которых регламентированы в методиках анализа.

5 Требования безопасности

Требования безопасности — по ГОСТ 25363 со следующими дополнениями:

при проведении анализа используют реактивы, оказывающие вредное воздействие на организм человека: кислоты, бром, ацетилен. При работе с названными веществами необходимо руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в нормативной документации на их изготовление и применение;

содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны (паров кислот, аэрозолей реактивов), выделяющихся в ходе анализа, не должно превышать предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005; контроль следует осуществлять по методическим указаниям, утвержденным Минздравом, или по ГОСТ 12.1.016.

6 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки с источниками излучения на марганец и кобальт.

Воздух, сжатый под давлением $2{,}10^5$ — $6{,}10^5$ Па (2 — 6 атм), в зависимости от используемого прибора.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457.

Колбы конические или стаканы по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см^3.

Колбы мерные с одной меткой не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770, вместимостью 100, 200, 250, 500 и 1000 см^3.

Пипетки с одной меткой по ГОСТ 29169, вместимостью 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 50,0 см^3.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Смесь фтористоводородной и соляной кислот в соотношении 1:15.

Смесь азотной и соляной кислот в соотношении 1:3.

Бром по ГОСТ 4109.

Марганец металлический по ГОСТ 6008.

Кобальт металлический по ГОСТ 123.

Стандартный раствор А: 1,000 г металлического марганца растворяют в 50 см³ смеси азотной и соляной кислот, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1000 мкг марганца.

Стандартный раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 100 мкг марганца.

Стандартный раствор В: 0,100 г металлического кобальта растворяют в 15 см³ азотной и соляной кислот, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 100 мкг кобальта.

Стандартный раствор Г: По 10 см³ стандартных растворов Б и В помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Г содержит по 10 мкг марганца и кобальта.

Растворы сравнения, содержащие от 0,5 до 100 мкг/см³ определяемых элементов, готовят из стандартных растворов А, Б, В и Г, как указано в таблице 1.

Таблица 1 — Приготовление растворов сравнения

В кубических сантиметрах

Концентрация определяемых элементов в растворах сравнения, мкг/см³		Объем исходного стандартного раствора, необходимый для приготовления растворов сравнения				Объем раствора сравнения
Марганец	Кобальт	А	Б	В	Г	
0,5	0,5	—	—	—	5	100
1	1	—	—	—	10	100
2	2	—	—	—	20	100
5	5	—	5	5	—	100
10	10	—	10	10	—	100
20	20	—	20	20	—	100
40	—	10	—	—	—	250
60	—	15	—	—	—	250
80	—	20	—	—	—	250
100	—	20	—	—	—	200

На каждые 100 см³ раствора сравнения добавляют по 7,5 см³ соляной кислоты.

7 Проведение анализа

Навеску пробы массой 0,200 — 1,000 г в соответствии с таблицей 2 помещают в коническую колбу или стакан вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ смеси фтористоводородной и соляной кислот и 10 см³ азотной кислоты.

Таблица 2

Массовая доля определяемых элементов, %	Масса навески пробы, г	Разбавление, см³	Объем раствора соляной кислоты, см³
От 0,005 до 0,1	1,000	100	20
» 0,1 » 1,0	1,000	200	40
» 1,0 » 2,0	0,200	200	40

Если в пробе замечена сера, то приливают 2 см³ брома, закрывают колбу (стакан) крышкой и оставляют на бортике плиты на 30 мин. Затем снимают крышку, ставят на плиту, нагревают до удаления паров брома и выпаривают досуха. Добавляют 10 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. К сухому остатку приливают раствор соляной кислоты (см. таблицу 2) и нагревают в течение 5 — 10 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Параллельно проводят два контрольных опыта для определения поправки на содержание кобальта и марганца в используемых реактивах.

Анализируемые растворы и растворы сравнения распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют поглощение аналитических линий:

марганца — 279,5 или 279,8 или 280,1 нм;

кобальта — 240,7 или 347,4 нм.

Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором. На спектрофотометрах, имеющих режим работы «концентрация», работают или в режиме «концентрация» или в режиме «поглощение» методом ограничивающих растворов или по градуировочному графику.

8 Обработка результатов

8.1 Массовую долю марганца или кобальта X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C_1 - C_2)V}{m\,1000} \cdot 100,$$

где C_1 — концентрация определяемого элемента в анализируемом растворе, мкг/см³;

C_2 — концентрация определяемого элемента в растворе контрольного опыта, мкг/см³;

V — объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески пробы, мг;

1000 — коэффициент пересчета мг в мкг.

8.2 Абсолютные допускаемые расхождения (%) результатов двух параллельных определений (d — сходимость) и результатов двух анализов ($Д$ — воспроизводимость) с доверительной вероятностью $P = 0,95$ не должны превышать допускаемых значений, указанных в таблицах 3 и 4.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не должна превышать предела при выполнении следующих условий:

расхождение результатов параллельных определений не превышают допускаемых;

результаты контроля точности положительны.

Таблица 3 — Абсолютные допускаемые расхождения

В процентах

Массовая доля марганца	Δ	d	Д
От 0,1 до 0,3 включ.	0,02	0,03	0,02
Св. 0,3 » 1,0 »	0,07	0,08	0,07
» 1,0 » 2,0 »	0,12	0,12	0,1

Таблица 4 — Абсолютные допускаемые расхождения

В процентах

Массовая доля кобальта	Δ	d	Д
От 0,005 до 0,02 включ.	0,001	0,002	0,001
Св. 0,02 » 0,05 »	0,003	0,005	0,003
» 0,05 » 0,10 »	0,01	0,01	0,01

УДК 622.344.6-15:543.06.711.73:006.354 МКС 73.060 А39 ОКП 17 2520

Ключевые слова: межгосударственный стандарт, метод атомно-абсорбционного определения, цинковые концентраты, марганец, кобальт, сходимость, воспроизводимость, допускаемые расхождения

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *А.С. Чернусова*
Компьютерная верстка *О.В. Арсеевой*

Изд.лиц.№ 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 12.03.2001. Подписано в печать 03.04.2001. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,63.
Тираж экз. С 705. Зак. 369.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru