МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДОВ КАЛЬЦИЯ, МАГНИЯ И АЛЮМИНИЯ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.344.6-15:543.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

## Метод определения оксидов кальция, магния и алюминия

**ГОСТ 14048.11—80***

Zinc concentrates. Method for the determination of calcium oxide, magnesium oxide and aluminium oxide

ОКСТУ 1709

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.01.80 № 487 дата введения установлена**

**01.07.81**

**Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

Настоящий стандарт распространяется на цинковые концентраты и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения оксидов кальция и алюминия от 0,05 до 5 % и оксида магния от 0,02 до 5 %.

Метод основан на измерении поглощения линии кальция 422,7 нм, линии магния 285,2 нм и линии алюминия 309,3 нм при введении растворов проб и растворов сравнения в воздушно-ацетиленовое пламя для кальция и магния и в пламя закись азот-ацетилен для алюминия. Пробы цинкового концентрата предварительно переводят в раствор кислотным разложением.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329—87.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов, методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных по методике настоящего стандарта и ГОСТ 14048.14—80, ГОСТ 14048.15—80 или аттестованной методике, не реже одного раза в квартал, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе в соответствии с ГОСТ 14048.2—78.

**(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

## 1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 25363—82 с дополнениями:

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

- содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны (паров кислот, аэрозолей реактивов), выделяющихся в ходе анализа, не должно превышать значений предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005—88; контроль следует осуществлять по методическим указаниям, утвержденным Минздравом СССР, или по ГОСТ 12.1.016—79.

Разд. 1а. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

**Издание официальное** **Перепечатка воспрещена**

**Переиздание (март 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1991 г. (ИУС 6—91)*

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1999

## 2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Шкаф сушильный лабораторный.

Печь электрическая муфельная, обеспечивающая температуру нагрева 800 °С.

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

Ацетилен в баллоне по ГОСТ 5457—75.

Закись азота в баллоне.

Стаканы фторопластовые.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1 и 1:4.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—76.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77, раствор 100 г/дм$^3$.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Лантан оксид (лантан хлористый или лантан углекислый 6-водный по НТД), раствор 5 г/дм$^3$ лантана; готовят следующим образом: расчетную навеску хлористого, углекислого лантана или его оксида растворяют в 5—10 см$^3$ соляной кислоты, разбавляют до 1000 см$^3$ водой и перемешивают.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Магния оксид по ГОСТ 4526—75.

Алюминий по ГОСТ 11069—74 марки не ниже А 95.

Стандартный раствор кальция (А); готовят следующим образом: углекислый кальций сушат в сушильном шкафу при температуре 100 °С в течение 1 ч, затем помещают в эксикатор. Из остывшего порошка углекислого кальция берут навеску массой 1,785 г, помещают в стеклянный стакан, растворяют в 10 см$^3$ соляной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см$^3$ раствора А содержит 1 мг оксида кальция.

Стандартный раствор магния (Б); готовят следующим образом: оксид магния прокаливают в муфеле при 600—800 °С в течение 1 ч. Затем помещают в эксикатор. Из остывшего порошка оксида магния берут навеску массой 1,000 г, помещают в стеклянный стакан, растворяют в 15 см$^3$ соляной кислоты при нагревании, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см$^3$ раствора Б содержит 1 мг оксида магния.

Стандартный раствор алюминия (В); готовят следующим образом: навеску металлического алюминия (поверхность алюминия должна быть блестящей, неокисленной) массой 0,529 г растворяют при нагревании в 20—30 см$^3$ соляной кислоты, добавляя время от времени по нескольку капель азотной кислоты до полного растворения навески. Затем раствор выпаривают досуха, приливают 30—40 см$^3$ воды, 15 см$^3$ соляной кислоты, нагревают до растворения солей, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см$^3$ раствора В содержит 1 мг оксида алюминия.

Стандартный раствор Г, содержащий по 100 мкг/см$^3$ оксидов кальция и магния; готовят следующим образом: отбирают по 20 см$^3$ растворов А и Б, помещают в мерную колбу вместимостью 200 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

Стандартный раствор Д, содержащий 100 мкг/см$^3$ оксида алюминия; готовят следующим образом: 20 см$^3$ раствора В помещают в мерную колбу вместимостью 200 см$^3$, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Растворы сравнения, содержащие по 2; 5; 10; 25; 50; 75 и 100 мкг/см$^3$ оксидов кальция и магния, готовят следующим образом: в каждую из семи мерных колб вместимостью по 200 см$^3$ помещают по одной из следующих аликвотных частей: 4; 10; 20 см$^3$ раствора Г и 5; 10; 15; 20 см$^3$ растворов А и Б. Затем во все колбы добавляют по 5 см$^3$ соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

Растворы сравнения, содержащие 2; 5; 10; 25; 50; 75 и 100 мкг/см$^3$ оксида алюминия, готовят следующим образом: в каждую из семи мерных колб вместимостью по 200 см$^3$ помещают по одной из следующих аликвотных частей: 4; 10; 20 см$^3$ раствора Д и 5; 10; 15 и 20 см$^3$ раствора В. Затем во все колбы добавляют по 5 см$^3$ соляной кислоты и по 6 см$^3$ раствора хлористого калия.

Если линейность графика не охватывает предлагаемые выше пределы концентраций, то растворы сравнения готовят такие, чтобы они лежали в пределах линейности графика для каждого конкретного прибора. При их приготовлении используют схему, описанную выше.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Масса навески концентрата в зависимости от массовой доли определяемых элементов указана в табл. 1.

Таблица 1

| Массовая доля оксидов кальция, магния и алюминия (каждого в отдельности) в анализируемой пробе, % | Масса навески, г | Объем раствора, получаемый после разложения навески, см³ |
|---|---|---|
| До 0,5 | 1,0000 | 100 |
| Св. 0,5 до 2 | 1,0000 | 200 |
| » 2 » 5 | 0,2000 | 200 |

Если измерение производят в режиме «поглощение» и линейность графика не охватывает приведенный в п. 2 интервал концентраций растворов сравнения, тогда используют навески и разбавления, удобные в каждом конкретном случае, обеспечивающие необходимую точность анализа.

Навеску концентрата помещают во фторопластовый стакан вместимостью 200—250 см³, смачивают водой, приливают 5 см³ плавиковой кислоты, 10 см³ азотной и 2—3 см³ брома. Закрывают крышкой, оставляют на бортике плиты в течение 30 мин, затем убирают крышку, ставят на плиту и нагревают до удаления паров брома. Приливают 30 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха. Затем приливают 10 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Добавляют 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, для объема раствора после разложения навески 200 см³, и 8 см³ этой же кислоты для объема раствора после разложения навески 100 см³. Нагревают до растворения солей, приливают 30—50 см³ воды, переливают в мерную колбу соответствующей вместимости, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор переливают сразу же во фторопластовый стакан, где проводилось разложение, и закрывают крышкой (растворы контрольного опыта можно оставлять в стеклянных колбах, не переливая во фторопластовую посуду).

Для измерения содержания оксида алюминия отбирают 25 см³ раствора в колбу вместимостью 50 см³, добавляют 1,5 см³ раствора хлористого калия и 3 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:4, доливают до метки водой и перемешивают. Контрольный опыт готовят так же.

Для измерения содержания оксида кальция и оксида магния отбирают 25 см³ раствора в колбу вместимостью 50 см³, добавляют 3 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:4, и раствор лантана. Количество добавляемого раствора лантана зависит от навески и объема раствора после разложения навески (при содержании оксида алюминия не более 10 %). При навеске концентрата массой 0,2 г и объеме получаемого раствора 200 см³ добавляется 1,5 см³ раствора лантана, при навеске массой 1 г и объеме раствора 200 см³ — 7 см³ и при навеске массой 1 г и объеме раствора 100 см³ — 14 см³. Затем раствор доливают до метки водой и перемешивают. Этот раствор готовят непосредственно перед измерением, причем вначале измеряют содержание оксида кальция, а затем оксида магния. Если в разбавленном растворе в течение 1—1,5 ч не может быть измерена массовая доля кальция, то раствор необходимо перелить во фторопластовую посуду с крышкой или перед измерением приготовить заново.

Измерение массовой доли магния в этом растворе может проводиться без каких-либо ограничений. То же самое относится и к контрольной пробе. Контрольную пробу измеряют неразбавленной.

В растворе лантана определяют массовую долю оксида кальция и оксида магния методом добавок и при необходимости учитывают ее.

Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором.

Пробы и растворы сравнения распыляют в пламя и измеряют поглощение линий кальция, магния и алюминия последовательно. Используют два способа измерения величины поглощения в зависимости от модели прибора. На спектрофотометрах, имеющих режим работы «концентрация», работают либо в режиме «концентрация» и тогда результат получают на табло в мкг/см³, либо в режиме «поглощение» методом «ограничивающих растворов» или по градуировочному графику. На остальных спектрофотометрах работают в режиме «поглощение» с записью на самопишущем потенциометре или со снятием показаний по стрелочному или цифровому прибору. Метод «ограничивающих растворов» заключается в получении отсчетов для раствора пробы и двух растворов сравнения, один из которых дает больший, а другой меньший отсчет по сравнению с отсчетом для раствора пробы.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Если измерение проводилось с записью на самопишущем потенциометре, то линейкой измеряют длину пиков в миллиметрах и строят градуировочный график в координатах: концентрация определяемого элемента в растворе в мкг/см$^3$ — длина пиков в мм. При измерении поглощения линии определяемого элемента во стрелочному или цифровому прибору градуировочный график строят в координатах: концентрация определяемого элемента в растворе в мкг/см$^3$ — показания стрелочного или цифрового прибора. В найденной по графику концентрации определяемого элемента учитывают содержание оксида кальция и оксида магния в лантане, если она сравнима с содержанием этих элементов в концентрате, затем полученный результат умножают на 2 (коэффициент разбавления). После этого учитывают содержание оксида кальция и оксида магния в контрольной пробе.

Массовую долю определяемого элемента ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000000},$$

где $m_1$ — массовая доля определяемого элемента в анализируемом растворе, мкг/см$^3$;

$V$ — объем раствора пробы, см$^3$;

$m$ — масса навески концентрата, г;

1000000 — коэффициент пересчета г в мкг.

4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P$=0,95 не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 2 и 3.

Таблица 2

| Массовая доля оксидов кальция, магния, % | Допускаемое расхождение параллельных определений, % | Допускаемое расхождение результатов анализа, % |
|---|---|---|
| От 0,02 до 0,05 включ. (только для оксида магния) | 0,01 | 0,02 |
| Св. 0,05 до 0,20 включ. | 0,03 | 0,04 |
| » 0,20 » 0,60 » | 0,1 | 0,2 |
| » 0,60 » 2,0 » | 0,2 | 0,3 |
| » 2,0 » 5,0 » | 0,3 | 0,4 |

Таблица 3

| Массовая доля оксида алюминия, % | Допускаемое расхождение параллельных определений, % | Допускаемое расхождение результатов анализа, % |
|---|---|---|
| От 0,05 до 0,20 включ. | 0,04 | 0,06 |
| Св. 0,20 » 0,60 » | 0,07 | 0,09 |
| » 0,60 » 2,0 » | 0,2 | 0,3 |
| » 2,0 » 5,0 » | 0,4 | 0,6 |

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.04.99. Подписано в печать 22.04.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,57.
Тираж 122 экз. С2660 Зак. 1015.

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

gost.e-ecolog.ru