26418-85
Изм. 1 +

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСЕЙ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

ГОСТ 26418—85

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством цветной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Э. Н. Гадзалов, Ю. Н. Семавки, О. Д. Рябкова, Д. Е. Каткова, Э. Б. Манская, Л. И. Игошева

ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

Член Коллегии А. П. Снурников

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 января 1985 г. № 22

УДК 622.344.6—15:543.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

Атомно-абсорбционный метод определения окисей кальция и магния

Copper concentrates.
Flame atomic absorption method for determination of calcium and magnesium oxides

ГОСТ 26418—85

ОКСТУ 17 3320

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 января 1985 г. № 222 срок действия установлен

с 01.01.86
до 01.07.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на медные концентраты всех марок и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения окисей кальция и магния (при массовых долях от 0,3 до 8%).

Метод основан на измерении абсорбции света атомами определяемых элементов, образующимися при введении анализируемых растворов в воздушно-ацетиленовое пламя. Медный концентрат предварительно переводят в раствор кислотным разложением.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по СТ СЭВ 314—76.
1.2. Требования безопасности — по ГОСТ 26100—84.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с лампами с полым катодом на кальций и магний.

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5$—$6 \cdot 10^5$ Па.

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1 и 1 : 100.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота хлорная.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Издание официальное Перепечатка воспрещена
© Издательство стандартов, 1985

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76.

Магний металлический (стружка) марки не ниже Мг 95 по ГОСТ 804—72.

Окись лантана (лантан хлористый или углекислый); раствор 20 г/дм³, приготовленный следующим образом: расчетную навеску хлористого, углекислого лантана или его окиси растворяют в 70—100 см³ соляной кислоты, разбавляют до 1000 см³ водой и перемешивают.

Стандартные растворы кальция, приготовленные следующим образом:

раствор А. 1,249 г углекислого кальция, предварительно высушенного в сушильном шкафу при температуре (100±5)°С в течение 50—60 мин, растворяют в 10 см³ соляной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,5 мг кальция;

раствор Б. 20 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1 : 100.

1 см³ растзора Б содержит 0,1 мг кальция.

Растворы сравнения кальция, приготовленные следующим образом:

в мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 см³ раствора Б кальция, что соответствует 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 мг/дм³ кальция, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1 : 100, перемешивают и переливают в полиэтиленовую посуду.

Стандартные растворы магния, приготовленные следующим образом:

раствор А. 1,0 г свежеприготовленной металлической стружки магния растворяют в минимальном объеме соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1 : 100, и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг магния.

раствор Б. 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1 : 100.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг магния.

Растворы сравнения магния, приготовленные следующим образом:

в мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10 см³ раствора Б магния, что соответствует 0,5; 1,0; 2,0; 5,0;

10 мг/дм³ магния, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1 : 100, и перемешивают.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску медного концентрата массой 0,1—0,5 г (в зависимости от содержания определяемых элементов) помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, смачивают водой и приливают 10—15 см³ соляной кислоты, упаривают раствор досуха. Затем навеску обрабатывают смесью азотной и соляной кислот (1 : 3), выпаривают 2—3 раза с соляной кислотой. Сухой остаток смачивают соляной кислотой, приливают 20—30 см³ воды, нагревают до растворения солей и отфильтровывают нерастворимый остаток. Промывают осадок на фильтре горячей водой. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, подсушивают, сжигают и обрабатывают смесью фтористоводородной и хлорной кислот (1 : 2). Упаривают досуха, затем растворяют соли в 5 см³ хлорной кислоты и присоединяют к основному фильтрату.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100, 200 или 250 см³ (в зависимости от взятой навески).

Возможно применение других видов разложения, полностью вскрывающих анализируемый материал.

3.2. От исследуемого раствора и растворов сравнения отбирают аликвотные части по 10 см³ в пробирки и добавляют по 1 см³ раствора лантана. Раствор лантана вводят перед измерением.

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

3.3. Полученные растворы распыляют в воздушно-ацетиленовом пламени и регистрируют поглощение при длинах волн кальция 422,7 нм, магния 285,2 нм. Условия измерения подбирают в соответствии с используемым прибором.

Массовую концентрацию кальция и магния находят по градуировочному графику.

3.4. Для построения градуировочного графика распыляют в воздушно-ацетиленовом пламени растворы сравнения как указано в пп. 3.2, 3.3.

На оси абсцисс откладывают массовую концентрацию определяемого компонента в растворах сравнения в мг/дм³, по оси ординат — соответствующие значения аналитических сигналов.

Если линейность графика не охватывает предлагаемые выше пределы концентраций, то растворы сравнения для построения градуировочного графика готовят так, чтобы соблюдалась линейность для каждого предела концентраций.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю кальция и магния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot V}{m \cdot 10000},$$

где c — массовая концентрация элемента, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

V — объем раствора в мерной колбе, см^3;

m — масса навески концентрата, г.

Для пересчета на окись кальция и окись магния полученный результат умножают соответственно на 1,4 и 1,66.

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

Массовая доля окисей кальция и магния, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,3 до 0,5 включ.	0,08
» 0,5 » 1,0 »	0,12
» 1,0 » 2,0 »	0,2
» 2,0 » 4,0 »	0,3
» 4,0 » 8,0 »	0,4

Редактор *Т. П. Шашина*
Технический редактор *Н. В. Келейникова*
Корректор *Е. А. Богачкова*

Сдано в наб. 11.02.85 Подп. в печ. 11.04.85 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,27 уч.-изд. л. Тир. 12 000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 241

Изменение № 1 ГОСТ 26418—85 Концентраты медные. Атомно абсорбционный метод определения окисей кальция и магния

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 № 3573

Дата введения 01.07.91

Вводную часть дополнить абзацем: «Требования настоящего стандарта являются обязательными».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: СТ СЭВ 314—76 на ГОСТ 27329—87.

Раздел 2 дополнить абзацем: «В растворы сравнения при их приготовлении допускается введение раствора лантана из расчета 10 см³ раствора сравнения».

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова: «смесью азотной и соляной кислот (1:3), выпаривают 2—3 раза с соляной кислотой. Сухой остаток смачивают соляной кислотой», на «10—15 см³ смеси азотной и соляной кислот (1:3), выпаривают 2—3 раза с 5—10 см³ соляной кислоты досуха. Сухой остаток смачивают 1—2 см³ соляной кислоты»;

последний абзац дополнить словами «к добавлению в анализируемый раствор раствора лантана из расчета 10 см³ раствора лантана на 100 см³ анализируемого раствора».

Пункт 3.2. Первый абзац после слов «по 1 см³ раствора лантана» дополнить словами: «(если он не добавлен предварительно)».

Пункт 4.2 изложить в новой редакции (кроме таблицы): «4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и допускаемое расхождение между результатами анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в таблице».

таблица. Головка. Заменить слова: «Абсолютное допускаемое расхождение» на «Допускаемое расхождение результатов параллельных определений, % (абс.)»;

таблицу дополнить графой:

(Продолжение см. с. 54)

Допускаемые расхождения между результатами анализа, % (абс.)
0,10
0,15
0,22
0,35
0,45

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.3: «4.3. Контроль правильности результатов анализа проводят по стандартному образцу. Результаты анализа считают правильными, если воспроизведенное содержание определяемого компонента в стандартном образце отличается от его аттестованной характеристики не более чем на половину допускаемого расхождения».

(ИУС № 4 1991 г.)

gost.e-ecolog.ru