27236-87

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА, КОБАЛЬТА, НИКЕЛЯ

ГОСТ 27236—87

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.343—15:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

Атомно-абсорбционный метод определения железа, кобальта, никеля

Copper concentrates. Flame atomic absorption method for determination of iron, cobalt, nickel

ГОСТ 27236—87

ОКСТУ 1733

Срок действия с 01.01.88
до 01.01.98

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на медные концентраты всех марок и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения массовой доли железа (от 1 до 10%), кобальта (от 0,005 до 0,2%), никеля (от 0,005 до 0,5%).

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.

1.3. Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 14180—80. Анализ проводят на двух параллельных навесках. Возможно одновременное определение кобальта и никеля при соизмеримых содержаниях их в концентрате, железа — при соответствующем разведении раствора.

1.4. Допускаемые значения показателя точности определения приведены в табл. 1.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1987

Таблица 1

Определяемый элемент	Диапазон измеряемых массовых долей, %	Допускаемое значение показателя точности, %
Железо	От 1—2	0,15
	Св. 2—3	0,22
	» 3—5	0,30
	» 5—10	0,40
Кобальт	От 0,005—0,02	0,001
	Св. 0,02 —0,05	0,005
	» 0,05 —0,20	0,013
Никель	От 0,005—0,02	0,001
	Св. 0,02 —0,05	0,005
	» 0,05 —0,15	0,013
	От 0,15 —0,30	0,03
	Св. 0,30 —0,50	0,04

1.5. Правильность результатов анализа контролируют методом добавок — нахождением содержания определяемого компонента в анализируемом материале после добавления соответствующей аликвотной части раствора данного компонента (как указано в разд. 4) к навеске анализируемого материала, до проведения анализа. Периодичность контроля правильности — не реже одного раза в месяц.

Величину добавки выбирают таким образом, чтобы аналитический сигнал определяемого компонента увеличился в 1,5—2 раза по сравнению с аналитическим сигналом этого компонента в отсутствии добавки.

Определение данного компонента после введения добавки проводят из того же числа параллельных определений, что и при анализе проб. Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений принимают за содержание определяемого компонента в пробе с добавкой. Найденную величину добавки рассчитывают как разность между найденным содержанием компонента в пробе с добавкой и результатом анализа пробы без добавки.

Результаты анализа считаются правильными, если найденная величина добавки отличается от приведенного содержания не более чем на $0{,}5\sqrt{d_1^2+d_2^2}$, где d_1 и d_2 — допускаемые расхождения результатов параллельных определений компонента в пробе и в пробе с добавкой.

2. СРЕДСТВА АНАЛИЗА

2.1. Атомно-абсорбционный спектрофотометр с лампами с полым катодом на железо, кобальт, никель;

Весы лабораторные с пределом взвешивания не более 200 г по ГОСТ 24104—80 2 класса точности;

Лабораторная посуда: пипетки, бюретки — по ГОСТ 20292—74, мерные колбы должны соответствовать 1 или 2 классу точности по ГОСТ 1770—74;

Чашка из стеклоуглерода;

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 1;

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78;

Кислота хлорная;

Аммоний фтористый по ГОСТ 4463—76, ч. д. а.;

Железо по ГОСТ 9849—86;

Кобальт по ГОСТ 123—78;

Никель по ГОСТ 849—70;

Воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5 — 6 \cdot 10^5$ Па (2—6 атм);

Ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457—75;

Пропан-бутан в баллонах;

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Условия выполнения измерений должны выбираться в соответствии с эксплуатационной документацией на атомно-абсорбционный спектрофотометр.

4. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

4.1. Приготовление растворов

4.1.1. *Растворы железа*

Раствор А. 1 г железа растворяют в 50 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг железа.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг железа.

Градуировочные растворы железа.

В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 2,0; 5,0; 10,0 см³ раствора Б и 2,0 и 5,0 см³ раствора А железа, что соответствует 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 и 50 мг/дм³ железа, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1 : 100, и перемешивают.

4.1.2. *Растворы кобальта*

Раствор А. 0,1 г кобальта растворяют в 5—7 см³ азотной кислоты, выпаривают досуха, добавляют 5 см³ соляной кислоты и выпаривают до объема 1—2 см³. Охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки, перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг кобальта.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг кобальта.

Градуировочные растворы кобальта.

В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 см³ раствора Б и 2,0 и 5,0 см³ раствора А кобальта, что соответствует 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0; 50,0 мг/дм³ кобальта, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1 : 100, и перемешивают.

4.1.3. *Растворы никеля*

Раствор А. 0,1 г никеля растворяют в 5—7 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг никеля.

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

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг никеля.

Градуировочные растворы никеля.

В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 1,0; 2,0; 5,0 и 10 см³ раствора Б и 2,0 и 5,0 см³ раствора А никеля, что соответствует 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 и 50,0 мг/дм³ никеля, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1 : 100, и перемешивают.

Растворы хранят в посуде с притертыми пробками.

4.2. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика градуировочные растворы распыляют в воздушно-ацетиленовом пламени и регистрируют поглощение при длинах волн железа — 248,3 нм, кобальта — 240,7 нм, никеля — 232,0 нм.

Допускается использовать для распыления растворов пламя пропан—бутан — воздух, если расхождения между результатами параллельных определений соответствуют указанным в табл. 2.

Для построения градуировочного графика используют не менее четырех-пяти градуировочных точек, при этом каждая точка строится по среднему арифметическому результату двух-трех параллельных измерений.

Таблица 2

Элемент	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения между результатами, %	
		параллельных определений	анализов
Железо	От 1 до 2	0,13	0,15
	Св. 2 » 3	0,20	0,22
	» 3 » 5	0,26	0,30
	» 5 » 10	0,33	0,40
Кобальт	От 0,005 до 0,02	0,0010	0,0014
	Св. 0,02 » 0,05	0,004	0,005
	» 0,05 » 0,20	0,010	0,014
Никель	От 0,005 до 0,02	0,0010	0,0014
	Св. 0,02 » 0,05	0,003	0,004
	» 0,05 » 0,15	0,010	0,014
	» 0,15 » 0,30	0,02	0,03
	» 0,30 » 0,50	0,03	0,05

Градуировочный график строят в прямоугольных координатах в виде линейной зависимости, проходящей через начало координат. По оси абсцисс откладывают массовую концентрацию определяемого элемента в градуировочных растворах в мг/дм^3, по оси ординат — значения оптических плотностей.

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. Масса навески концентрата, вместимость мерной колбы в зависимости от массовых долей железа, кобальта, никеля приведены в табл. 3.

Таблица 3

Элемент	Массовая доля элемента, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, см^3
Железо	1—10	0,1	200—250
Кобальт	0,005—0,05	2,0	50
	0,05—0,20	1,0	100
Никель	0,2—0,5	0,5	100

5.2. Навеску концентрата помещают в колбу или стакан вместимостью 250—300 см^3, добавляют 0,25—0,30 г фтористого аммония, приливают 30 см^3 смеси кислот соляной, азотной, хлорной

(1 : 1 : 1), упаривают до прекращения выделения паров хлорной кислоты, добавляют 4—5 см³ соляной кислоты и переводят вместе с осадком в мерную колбу. Доводят соляной кислотой (1 : 100) до метки, перемешивают, дают отстояться.

5.3. При наличии посуды из стеклоуглерода разложение проводят следующим образом.

Навеску концентрата помещают в чашку из стеклоуглерода, добавляют 10 см³ фтористоводородной кислоты и 15 см³ хлорной кислоты, упаривают до прекращения выделения паров хлорной кислоты, добавляют 4—5 см³ соляной кислоты и переводят раствор вместе с осадком в мерную колбу. Доводят соляной кислотой (1 : 100) до метки, перемешивают, дают отстояться.

Допускается применение других видов разложения, полностью вскрывающих анализируемый материал.

5.4. Полученные растворы распыляют в пламени воздух — ацетилен, как указано в п. 4.2.

Массовую концентрацию определяемого элемента находят по градуировочному графику.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. Массовую долю железа, кобальта, никеля (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot V}{m \cdot 1000},$$

где c — массовая концентрация элемента, найденная по градуировочному графику, мг/дм³;

V — объем раствора в мерной колбе, см³;

m — масса навески концентрата, г.

6.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Расхождение между результатами двух параллельных определений и между двумя результатами анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 3

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

ИСПОЛНИТЕЛИ

Б. М. Рогов; Э. Н. Гадзалов; Ю. Н. Семавин, канд. техн. наук; **Э. Б. Маковская,** канд. хим. наук; **О. Д. Рябкова; В. А. Сапожников,** канд. физ.-мат. наук

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.03. 1987 г. № 947**

3. **Срок первой проверки — 1991 г.**
Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 123—78	2.1
ГОСТ 849—70	2.1
ГОСТ 1770—74	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 4461—77	2.1
ГОСТ 4463—76	2.1
ГОСТ 5457—75	2.1
ГОСТ 6709—72	2.1
ГОСТ 9849—86	2.1
ГОСТ 10484—78	2.1
ГОСТ 14180—80	1.3
ГОСТ 20292—74	2.1
ГОСТ 24104—80	2.1
ГОСТ 26100—84	1.2

Редактор *Т. П. Шашина*
Технический р[illegible] *И. Максимова*
Корректор [illegible]

[illegible] дп. в печ. 26.05.87 [illegible] усл. кр.-отт. 0,44 уч.-изд. л.
Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, [illegible] Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Ля[illegible] [illegible]. 569

gost.e-ecolog.ru