26100-84

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА, ЦИНКА, КАДМИЯ

ГОСТ 26100—84

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

ВНИИ Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством цветной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

А. А. Бабаджан, Э. И. Гадзалов, Ю. Н. Семавин

ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

Член Коллегии А. П. Снурников

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПОСТАНОВЛЕНИЕМ Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1984 г. № 598

УДК 622.343-15:543.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

Атомно-абсорбционный метод определения свинца, цинка, кадмия

Copper concentrates. Determination of lead, zinc, cadmium. Flame atomic absorption method

ГОСТ 26100—84

ОКСТУ 1733

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1984 г. № 598 срок действия установлен

с 01.07.85
до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на все марки медных концентратов и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения свинца, цинка (при массовых долях от 0,01 до 6,0 %) и кадмия (при массовой доле от 0,001 до 0,3 %).

Сущность метода основана на измерении абсорбции света атомами определяемых элементов, образующихся при введении анализируемого раствора в воздушно-ацетиленовое пламя. Медный концентрат предварительно переводят в раствор кислотным разложением.

При возникновении разногласий в оценке качества медных концентратов по определению свинца, цинка и кадмия определение свинца и цинка производят комплексонометрическим методом, кадмия — полярографическим методом по ГОСТ 15934.2—80.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по СТ СЭВ 314—76.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Электрические приборы и установки, используемые при проведении химических анализов, должны соответствовать правилам устройства электроустановок, утвержденным Госэнергонадзором.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1984

Эксплуатация электроприборов и электроустановок должна проводиться в соответствии с правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей и правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденными Госэнергонадзором и ГОСТ 12.1.019—79.

2.2. Пробы медного концентрата, поступающего на анализ, следует хранить в пакетах из плотной бумаги по ГОСТ 2228—81 или ГОСТ 8273—75 или другой, обеспечивающей сохранность пробы, в специальном шкафу-боксе.

2.3. Лабораторные помещения, в которых выполняется анализ медного концентрата, должны быть оборудованы вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021—75, обеспечивающими чистоту воздуха рабочей зоны по ГОСТ 12.1.005—76.

2.4. Лабораторные помещения, в которых выполняется работа по анализу химического состава медного концентрата, должны быть обеспечены огнетушителями ОХП-10 и ОМ-8.

2.5. Все операции химического анализа (растворение пробы и т. д.), связанные с выделением ядовитых паров и газов, должны проводиться в боксах, оборудованных местным отсасывающим устройством.

2.6. При проведении анализа медного концентрата в воздух рабочей зоны выделяются вредные вещества, концентрации которых не должны превышать предельно допустимых концентраций, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Наименование вещества	Класс опасности по ГОСТ 12.1.005—76	Предельно допустимая концентрация, мг/м³, по ГОСТ 12.1.005—76
Азота окислы (в пересчете на NO_2)	2	5
Кислота соляная	2	5
Неорганические соединения свинца	1	0,01
Ангидрид сернистый	3	10
Ангидрид мышьяковистый	2	0,3
Фтористоводородной кислоты соли (в пересчете на HF)	2	0,2

2.7. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны осуществляют по ГОСТ 12.1.005—76 и ГОСТ 12.1.007—76.

Анализ проб воздуха на содержание вредных веществ должен производиться по методическим указаниям на методы определения вредных веществ в воздухе, утвержденным Министерством здравоохранения СССР.

2.8. Рабочие места для выполнения анализов должны соответствовать ГОСТ 12.2.032—78 и ГОСТ 12.2.033—78.

2.9. Работающие в химической лаборатории должны обеспечиваться специальной одеждой и средствами индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011—75.

2.10. При утилизации, удалении и обезвреживании отходов производства анализов необходимо руководствоваться нормативно-технической документацией, утвержденной в установленном порядке и согласованной с санитарно-эпидемиологической службой Министерства здравоохранения СССР.

2.11. При работе с газовыми установками следует руководствоваться ГОСТ 12.2.008—75 и правилами безопасности в газовом хозяйстве, утвержденными Госгортехнадзором СССР.

2.12. Атомизирующий объем (пламя) должен помещаться внутри приспособления, оборудованного местным отсасывающим устройством для удаления из воздушной среды паров кислот, окислов металлов, продуктов горения пламени.

2.13. Лаборатория спектрального анализа должна обеспечиваться специальными бытовыми помещениями и устройствами согласно строительным нормам и правилам по IIIа группе производственных процессов, утвержденным Госстроем СССР.

2.14. Требования пожарной безопасности при работе в лабораторных помещениях должны соответствовать ГОСТ 12.1.004—76.

2.15. На работу в химические и спектральные лаборатории допускаются лица, обученные требованиям безопасной работы в лабораториях по ГОСТ 12.0.004—79.

3. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки.

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

Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 10.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 100.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75.

Цинк марки не ниже ЦВ по ГОСТ 3640—79.

Стандартные растворы цинка:

раствор А. 0,250 г цинка растворяют в 5 см³ соляной кислоты (1 : 1) при нагревании до температуры 40—50 °С. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки соляной кислотой (1 : 100) и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг цинка;

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

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг цинка.

Растворы сравнения цинка:

в мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 см³ раствора Б цинка, что соответствует 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 мг/дм³ цинка, доливают до метки соляной кислотой (1 : 100) и перемешивают.

Свинец марок С0, С1 по ГОСТ 3778—77.

Стандартные растворы свинца:

раствор А. 0,5 г свинца растворяют в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1) при нагревании до температуры 60—70 °С. Раствор охлаждают, разбавляют водой и кипятят 2—3 мин. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг свинца;

раствор Б. 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки азотной кислотой (1 : 100) и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг свинца.

Растворы сравнения свинца:

в мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 см³ раствора Б свинца, что соответствует 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 мг/дм³ свинца. Доливают до метки соляной кислотой (1 : 100) и перемешивают.

Кадмий марки Кd0А или Кd0 по ГОСТ 1467—77.

Стандартные растворы кадмия:

раствор А. 0,2 г кадмия растворяют в 10 см³ азотной кислоты (1 : 1). Раствор выпаривают до 2—3 см³. Выпаривание повторяют еще два раза с 5 см³ соляной кислоты. После охлаждения приливают 4 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения солей. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг кадмия;

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

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг кадмия;

раствор В. 10 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки соляной кислотой (1 : 100) и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,01 мг кадмия.

Растворы сравнения кадмия:

в мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0 см³ раствора Б кадмия, что соответствует 0,5; 1,0 и 2,0 мг/дм³ кадмия. Доливают до метки соляной кислотой (1 : 100) и перемешивают. В другие мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 1,0; 2,0 см³ раствора В кадмия, что соответствует 0,1 и 0,2 мг/дм³ кадмия. Доливают до метки водой и перемешивают.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Масса навески концентрата в зависимости от содержания определяемых элементов указана в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля элемента в анализируемой пробе, %		Масса навески, г	Объем раствора, получаемый после разложения навески, см³
Цинк, свинец	Кадмий		
Св. 0,01 до 0,02	Св. 0,001 до 0,002	1	50
» 0,02 » 0,1	» 0,002 » 0,01	1	100
» 0,1 » 0,5	» 0,01 » 0,1	0,2	100
» 0,5 » 0,6	» 0,1 » 0,3	0,1	250

При определении цинка более 2 % и свинца более 5 % требуется дополнительное разведение. Перед взятием навески массой 0,1—0,2 г рекомендуется дополнительное перемешивание пробы.

Навеску концентрата помещают в стакан вместимостью 250 см³, смачивают водой, приливают 15—20 см³ соляной кислоты, добавляют 0,2 г фтористого аммония. Раствор нагревают и выпаривают досуха, не прокаливая. Добавляют 15—20 см³ азотной кислоты, нагревают и упаривают до влажных солей. Затем приливают 10 см³ соляной кислоты (1 : 1) и нагревают до растворения солей.

Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу соответствующей вместимости (см. табл. 2), доливают до метки водой и перемешивают. Полученный раствор распыляют в стехиометрическом воздушно-ацетиленовом пламени. При определении цинка длина волны должна быть 213,9 нм, горелка длиной 5 см, расположенная под углом 90° к оптической оси, при определении свинца и кадмия — длины волн 283,3 и 228,5 нм соответственно, горелка длиной 10 см, расположенная вдоль оптической оси. Поглощение регистрируют не менее двух раз для каждого раствора.

Допускается использовать для распыления растворов пламя пропан—бутан—воздух и другие условия измерения, если расхождения между параллельными определениями соответствуют указанным в табл. 3—5.

Массовую концентрацию цинка, свинца, кадмия находят по градуировочному графику.

4.2. Для построения градуировочного графика растворы сравнения распыляют в воздушно-ацетиленовом пламени, как указано в п. 4.1.

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

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю элемента (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где C — массовая концентрация элемента, найденная по градуировочному графику, мг/см^3;

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

m — масса навески концентрата, г.

5.2. Разность большего и меньшего из двух результатов параллельных определений с вероятностью $P=0{,}95$ не должна превышать значения допускаемого расхождения, указанного для соответствующего содержания в табл. 3—5.

Таблица 3

Массовая доля свинца, %	Допускаемое расхождение, абс. %
Св. 0,01 до 0,02	0,005
» 0,02—0,04	0,01
» 0,04—0,1	0,025
» 0,1—0,2	0,03
» 0,2—0,4	0,04
» 0,4—1,0	0,1
» 1—3	0,14
» 3—6	0,16

Таблица 4

Массовая доля цинка, %	Допускаемое расхождение, абс. %
Св. 0,01 до 0,02	0,005
» 0,02—0,04	0,01
» 0,04—0,1	0,025
» 0,1—0,2	0,03
» 0,2—0,4	0,04
» 0,4—1,0	0,08
» 1—3	0,16
» 3—6	0,20

Таблица 5

Массовая доля кадмия, %	Допускаемое расхождение, абс. %
Св. 0,001 до 0,002	0,0006
» 0,002—0,005	0,001
» 0,005—0,01	0,002
» 0,01—0,04	0,005
» 0,04—0,1	0,01
» 0,1—0,3	0,02

5.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют применением государственного стандартного образца № 708—76 или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086—81 не реже одного раза в месяц.

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *Н. П. Замолодчикова*
Корректор *А. Г. Старостин*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 14.02.84 Подп. в печ. 07.05.84 0,625 усл. п. л.
0,625 усл. кр.-отт. 0,44 уч.-изд. л. Тир. 8000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 368