МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33208— 2014

РУДЫ МЕДЕСОДЕРЖАЩИЕ И ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Измерение массовой доли меди, цинка, свинца, висмута, кадмия, сурьмы методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 503 «Медь»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 22 декабря 2014 г. № 73-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 мая 2015 г. № 510-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33208—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2016 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2015

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РУДЫ МЕДЕСОДЕРЖАЩИЕ И ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Измерение массовой доли меди, цинка, свинца, висмута, кадмия, сурьмы методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Copper and complex ores and products of their processing. Measurement of copper, zinc, lead, bismuth, cadmium, antimony mass fraction by atomic absorption spectrometry method

Дата введения — 2016—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает требования к измерению массовых долей меди, цинка, свинца, висмута, кадмия, сурьмы атомно-абсорбционным спектрометрическим методом.

Диапазоны измерений массовых долей меди, цинка, свинца, висмута, кадмия, сурьмы приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Компонент	Диапазон массовой доли компонента	Компонент	Диапазон массовой доли компонента
Медь	От 0,010 до 10,00 включ.	Висмут	От 0,0010 до 0,100 включ.
Цинк	От 0,010 до 10,00 включ.	Кадмий	От 0,0010 до 0,50 включ.
Свинец	От 0,0010 до 6,00 включ.	Сурьма	От 0,0010 до 5,00 включ.

Общие требования к методу измерений и требования безопасности при выполнении измерений, контролю точности результатов измерений — по ГОСТ 32221, отбор и подготовка проб для измерений — по нормативным документам на конкретную продукцию.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 859—2014 Медь. Марки

ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия

ГОСТ 1467—93 Кадмий. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3778—98 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4518—75 Реактивы. Аммоний фтористый. Технические условия

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10928—90 Висмут. Технические условия

ГОСТ 20448—90 Газы углеводородные сжиженные топливные для коммунально-бытового потребления. Технические условия

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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

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

ГОСТ 32221—2013 Концентраты медные. Методы анализа

ГОСТ ИСО 5725-6—2003* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли меди, цинка, свинца, висмута, кадмия, сурьмы соответствует характеристикам, приведенным в таблице 2 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли меди, цинка, свинца, висмута, кадмия, сурьмы при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Компонент	Диапазон измерений массовой доли компонента	Показатель точности ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
			повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
Медь	От 0,010 до 0,030 включ.	0,005	0,005	0,007
	Св. 0,030 » 0,100 »	0,010	0,010	0,014
	» 0,10 » 0,20 »	0,02	0,03	0,03
	» 0,20 » 0,40 »	0,05	0,04	0,07
	» 0,40 » 1,00 »	0,06	0,05	0,08
	» 1,00 » 1,20 »	0,07	0,06	0,09
	» 1,20 » 1,60 »	0,09	0,07	0,12
	» 1,60 » 2,50 »	0,10	0,09	0,14
	» 2,50 » 3,50 »	0,12	0,10	0,17
	» 3,50 » 5,00 »	0,13	0,12	0,19
	» 5,00 » 10,00 »	0,15	0,13	0,21

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Окончание таблицы 2

В процентах

Компонент	Диапазон измерений массовой доли компонента	Показатель точности ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
			повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
Цинк	От 0,010 до 0,030 включ.	0,005	0,005	0,007
	Св. 0,030 » 0,100 »	0,010	0,010	0,014
	» 0,10 » 0,20 »	0,04	0,03	0,05
	» 0,20 » 0,40 »	0,04	0,04	0,06
	» 0,40 » 0,80 »	0,05	0,05	0,07
	» 0,80 » 1,00 »	0,08	0,08	0,11
	» 1,00 » 2,00 »	0,11	0,12	0,16
	» 2,00 » 3,00 »	0,16	0,16	0,22
	» 3,00 » 4,00 »	0,18	0,18	0,25
	» 4,00 » 5,00 »	0,20	0,24	0,28
	» 5,00 » 10,00 »	0,32	0,30	0,45
Свинец	От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0005	0,0005	0,0007
	Св. 0,0020 » 0,0050 »	0,0010	0,0010	0,0014
	» 0,0050 » 0,0100 »	0,0021	0,0020	0,0030
	» 0,010 » 0,030 »	0,004	0,004	0,006
	» 0,030 » 0,100 »	0,007	0,007	0,010
	» 0,10 » 0,30 »	0,03	0,02	0,04
	» 0,30 » 0,60 »	0,04	0,03	0,05
	» 0,60 » 1,00 »	0,06	0,06	0,08
	» 1,00 » 3,00 »	0,23	0,10	0,33
	» 3,00 » 6,00 »	0,26	0,16	0,36
Висмут	От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0004	0,0005	0,0006
	Св. 0,0020 » 0,0050 »	0,0010	0,0010	0,0014
	» 0,0050 » 0,0100 »	0,0021	0,0020	0,0030
	» 0,010 » 0,030 »	0,005	0,005	0,007
	» 0,030 » 0,050 »	0,010	0,010	0,014
	» 0,050 » 0,100 »	0,014	0,014	0,020
Кадмий	От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0004	0,0005	0,0006
	Св. 0,0020 » 0,0050 »	0,0010	0,0010	0,0014
	» 0,0050 » 0,0100 »	0,0021	0,0020	0,0030
	» 0,010 » 0,030 »	0,005	0,005	0,007
	» 0,030 » 0,050 »	0,010	0,010	0,014
	» 0,050 » 0,100 »	0,014	0,014	0,020
	» 0,10 » 0,30 »	0,04	0,03	0,05
	» 0,30 » 0,50 »	0,05	0,04	0,07
Сурьма	От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0005	0,0005	0,0007
	Св. 0,0020 » 0,0050 »	0,0010	0,0010	0,0014
	» 0,0050 » 0,0100 »	0,0021	0,0020	0,0030
	» 0,010 » 0,030 »	0,004	0,004	0,006
	» 0,030 » 0,100 »	0,007	0,007	0,010
	» 0,10 » 0,30 »	0,03	0,02	0,04
	» 0,30 » 0,50 »	0,04	0,03	0,06
	» 0,50 » 1,00 »	0,09	0,07	0,12
	» 1,00 » 5,00 »	0,17	0,17	0,24

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрометр атомно-абсорбционный с пламенным атомизатором и источниками излучения на медь, цинк, свинец, висмут, кадмий, сурьму;
- компрессор воздушный;

- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-200-2, 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1–250 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы Кн-2–250–19/26 ТХС по ГОСТ 25336;
- посуда из стеклоуглерода марки СУ-2000;
- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:
- воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5$—$6 \cdot 10^5$ Па;
- ацетилен по ГОСТ 5457;
- пропан-бутан по ГОСТ 20448;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1 : 1;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную 1 : 1 и молярной концентрации 1 моль/дм^3;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1 : 10;
- свинец по ГОСТ 3778, марки не ниже С0 и С1;
- цинк по ГОСТ 3640, марки ниже ЦВ;
- кадмий по ГОСТ 1467, марки не ниже Кд1;
- медь по ГОСТ 859, не ниже марки М1;
- сурьму по ГОСТ 1089, не ниже марки Су00;
- висмут по ГОСТ 10928, не ниже марки Ви00;
- аммоний фтористый по ГОСТ 4518;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484, разбавленную 1 : 10;
- фильтры обеззоленные по техническим условиям [1] или аналогичные;
- кислоту хлорную по техническим условиям [2];
- стандартные образцы (СО) состава раствора ионов свинца, цинка, сурьмы, меди, висмута, кадмия с относительной погрешностью аттестованного значения (P = 0,95) не более 1 %.

5 Сущность метода измерений

Метод основан на измерении атомного поглощения резонансных линий меди, цинка, кадмия, свинца, висмута, сурьмы при длинах волн, указанных в таблице 3, после введения анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух. Переведение пробы в раствор осуществляют кислотной обработкой навески пробы.

Таблица 3 — Длины волн

Измеряемый компонент	Длина волны, нм
Медь	324,7; 327,4
Цинк	213,9
Кадмий	228,8
Свинец	283,3, 217,0
Висмут	223,0
Сурьма	217,6

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Приготовление растворов известной концентрации из металлов

6.1.1 Приготовление растворов А ионов меди (кадмия, свинца или висмута) массовой концентрации 1 мг/см^3: навеску металла массой 1,0000 г растворяют в 50 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1 при нагревании до температуры от 40 °С до 60 °С. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

6.1.2 При приготовлении раствора А ионов сурьмы массовой концентрации 1 мг/см^3 навеску металла массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 50 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 10, нагревают до растворения навески. Раствор охлаждают, переносят в мер-

ную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1 : 10, и перемешивают.

6.1.3 При приготовлении раствора А ионов цинка массовой концентрации 1 мг/см³ в стакан вместимостью 250 см³ помещают навеску металлического цинка массой 1,0000 г и растворяют в 60 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1 при умеренном нагревании до растворения навески. Затем раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

6.1.4 При приготовлении растворов Б массовой концентрации 0,1 мг/см³ 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

6.1.5 При приготовлении растворов В массовой концентрации 0,01 мг/см³ 10 см³ раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Срок хранения растворов А — не более шести месяцев, растворов Б — не более трех месяцев, растворы В применяют свежеприготовленными.

Примечание — Допускается приготовление объединенного раствора Б, для чего в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают аликвоты 10 см³ растворов А ионов меди, цинка, свинца, висмута и сурьмы, после добавления каждой аликвоты перемешивают, доливают водой до метки и перемешивают.

6.2 Приготовление растворов известной концентрации из стандартных образцов

Раствор Б массовой концентрации 0,1 мг/см³ готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 5 см³ СО раствора ионов металла (1 мг/см³) и доливают до метки азотной кислотой молярной концентрации 1 моль/дм³ и перемешивают.

Срок хранения раствора не более трех месяцев.

6.3 Построение градуировочных графиков

Для построения градуировочных графиков готовят серию градуировочных растворов в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4

Определяемый компонент	Номер раствора	Исходный раствор	Аликвота, см³	Объем мерной колбы, см³	Массовая концентрация, мкг/см³
Кадмий	4	Б	5	100	5
	3	Б	3	100	3
	2	Б	1	100	1
	1	В	1	100	0,1
Медь	5	А	1	100	10
	4	Б	5	100	5
	3	Б	3	100	3
	2	В	5	100	0,5
	1	В	1	100	0,1
Свинец	5	А	1	100	10
	4	Б	5	100	5
	3	Б	3	100	3
	2	Б	1	100	1
	1	В	1	100	0,1
Цинк	6	А	1	100	10
	5	А	5	100	5
	4	Б	3	100	3
	3	Б	1	100	1
	2	В	5	100	0,5
	1	В	1	100	0,1
Висмут	4	Б	5	100	5
	3	Б	3	100	3
	2	Б	1	100	1
	1	В	1	100	0,1

Окончание таблицы 4

Определяемый компонент	Номер раствора	Исходный раствор	Аликвота, $см^3$	Объем мерной колбы, $см^3$	Массовая концентрация, $мкг/см^3$
Сурьма	5	А	1	100	10
	4	Б	5	100	5
	3	Б	3	100	3
	2	Б	1	100	1
	1	В	1	100	0,1

Примечание — Массовые концентрации градуировочных растворов носят рекомендательный характер и зависят от характеристик используемого атомно-абсорбционного спектрометра, интервала определяемых массовых долей. Для построения градуировочного графика допускается использовать 3—7 градуировочных растворов.

Для построения градуировочного графика градуировочные растворы распыляют в пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух, как указано в 7.2.

По оси абсцисс откладывают массовую концентрацию определяемого компонента в градуировочных растворах, выраженную в микрограммах на сантиметр кубический, по оси ординат — соответствующие значения аналитических сигналов.

Примечание — Допускается выражать концентрацию градуировочных растворов в других массовых единицах.

7 Выполнение измерений

7.1 Масса навески пробы и объем разведения в зависимости от массовой доли компонента представлены в таблице 5. Если содержания определяемых компонентов значительно различаются, то для анализа берут навеску, рекомендованную для компонента с наименьшей массовой долей.

Таблица 5

Диапазон измерений, %	Рекомендуемая навеска пробы, г	Рекомендуемое разведение, $см^3$
От 0,001 до 0,010 включ.	1,0	100
От 0,010 до 0,10 включ.	0,5	100
От 0,10 до 2,00 включ.	0,1	250
От 2,00 до 6,00 включ.	0,1	500

Примечание — Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности атомно-абсорбционного спектрометра, однородности анализируемого материала и т. д. Если необходимо, проводят дополнительное разбавление.

7.2 Навеску пробы (в соответствии с таблицей 5) растворяют одним из описанных способов:

а) навеску пробы помещают в стакан или колбу вместимостью 250 $см^3$, смачивают водой, добавляют 0,2 г фтористого аммония, приливают от 20 до 30 $см^3$ соляной кислоты, нагревают в течение 15—20 мин, затем добавляют от 10 до 20 $см^3$ азотной кислоты, нагревают до растворения навески пробы и выпаривают досуха, не перекаливая остаток. Сухой остаток обрабатывают 10 $см^3$ соляной кислоты, выпаривают досуха, не перекаливая осадок;

б) навеску пробы растворяют без нагревания в объеме от 15 до 20 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот (3 : 1). После окончания бурной реакции раствор нагревают до растворения навески пробы, и раствор выпаривают досуха, не перекаливая остаток. Сухой остаток обрабатывают 10 $см^3$ соляной кислоты, выпаривают досуха, не перекаливая осадок;

в) навеску пробы помещают в стеклоуглеродную чашку (тигель), смачивают водой, приливают от 10 до 15 $см^3$ соляной кислоты и от 5 до 10 $см^3$ азотной кислоты. После завершения бурной реакции приливают от 10 до 20 $см^3$ фтористоводородной кислоты и 5 $см^3$ хлорной кислоты. Затем раствор нагревают

до разложения основной массы навески пробы и продолжают нагревание до выделения густых паров хлорной кислоты. Чашку или тигель снимают с плиты, обмывают стенки водой и вновь нагревают раствор, выпаривая его досуха, не перекаливая осадок. Чашку охлаждают;

г) навеску пробы помещают в стеклоуглеродную чашку (тигель) приливают от 10 до 20 см^3 азотной кислоты. После завершения бурной реакции приливают кислоты: от 10 до 20 см^3 фтористоводородной кислоты и 5 см^3 хлорной кислоты. Затем раствор нагревают до разложения основной массы навески пробы и продолжают нагревание до выделения густых паров хлорной кислоты. Чашку или тигель снимают с плиты, обмывают стенки водой и вновь нагревают раствор, выпаривая его досуха, не перекаливая осадок. Чашку охлаждают.

Примечание — Если в ходе измерений необходимо определять массовую долю сурьмы, то применяют способы разложения навески по в) и г).

Полученный сухой остаток охлаждают, в посуду в которой проводили разложение пробы, приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, от 10 до 20 см^3 воды и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу, вместимостью в соответствии с таблицей 5. Если необходимо, то приливают соляную кислоту, разбавленную 1 : 1, для создания ее кислотности 5 % по объему, доливают до метки водой и перемешивают.

При необходимости раствор фильтруют в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

Допускается использование других способов разложения навески, обеспечивающих полное переведение аналита в раствор.

7.3 Анализируемый раствор вводят в пламя ацетилен-воздух атомно-абсорбционного спектрометра и измеряют абсорбции компонента при соответствующей длине волны (таблица 3). Абсорбцию каждого раствора измеряют не менее двух раз и для расчета берут среднеарифметическое значение. При смене растворов систему распыления промывают водой до получения нулевого показания прибора.

Рекомендованная максимальная величина измеряемой абсорбции примерно 0,5 единиц. В случае необходимости для уменьшения ее значения допускается проводить измерения при менее чувствительной длине волны или разворачивать горелку.

По найденному значению абсорбции анализируемого раствора за вычетом абсорбции раствора холостого опыта находят содержание определяемого компонента по градуировочному графику. Если концентрация определяемого компонента в анализируемом растворе превышает его концентрацию в растворах для построения градуировочного графика (величина абсорбции анализируемого раствора выше абсорбции последней точки графика), проводят разбавление анализируемого раствора. Для этого аликвоту анализируемого раствора помещают в колбу вместимостью 100 см^3, приливают соляную кислоту, для создания ее кислотности 5 % по объему, доливают до метки водой и перемешивают.

Допускается использовать для атомизации пробы пламя пропан-бутан-воздух, если расхождения между параллельными определениями соответствуют указанным в таблице 2.

8 Обработка результатов измерений

8.1 Обработка результатов измерений

8.1.1 Массовую долю компонента X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{CV \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 1000} = \frac{CV}{m \cdot 10 \cdot 1000}, \quad (1)$$

где C — массовая концентрация компонента, найденная по градуировочному графику, с учетом величины холостого опыта, мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

8.1.2 Массовую долю компонента X_1 (при дополнительном разбавлении), %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{CVV_1 \cdot 100}{mV_2 \cdot 1000 \cdot 1000} = \frac{CVV_1}{mV_2 \cdot 10 \cdot 1000}, \quad (2)$$

где C — массовая концентрация компонента, найденная по градуировочному графику, с учетом величины холостого опыта, мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

V_1 — конечный объем анализируемого раствора, см^3;

V_2 — объем аликвоты раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

8.2 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) предела повторяемости r, приведенных в таблице 2.

Если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1).

8.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 2. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

Библиография

[1] Технические условия ТУ 264221-001-5015242—07 Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)

[2] Технические условия ТУ 6-09-2878—84 Реактивы. Кислота перхлорная

УДК 622.343-15:546.77.06:006.354 МКС 73.060.99 А39

Ключевые слова: руды медесодержащие и полиметаллические и продукты их переработки, проба, компонент, раствор, метод атомно-абсорбционной спектрометрии, массовая концентрация, раствор известной концентрации, градуировочный график

Редактор *И.В. Кириленко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.М. Малахова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 15.07.2015. Подписано в печать 10.08.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,95. Тираж 36 экз. Зак. 2664.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru