МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33206— 2014

РУДЫ МЕДЕСОДЕРЖАЩИЕ И ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Измерение массовой доли меди, цинка, свинца, висмута, кадмия, мышьяка, сурьмы методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

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 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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
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. № 508-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33206—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, мышьяка, сурьмы методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Copper and complex ores and products of their processing. Measurement of copper, zinc, lead, bismuth, cadmium, arsenic, antimony mass fraction by atomic emission spectrometry with inductively coupled plasma method

Дата введения — 2016—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает требования к измерению массовой доли меди, цинка, свинца, висмута, кадмия, мышьяка, сурьмы методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой.

Диапазоны измерений массовой доли меди, цинка, свинца, висмута, кадмия, мышьяка, сурьмы представлены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Компонент	Диапазон массовой доли компонента	Компонент	Диапазон массовой доли компонента
Медь	От 0,001 до 10,0 включ.	Кадмий	От 0,001 до 1,0 включ.
Цинк	От 0,001 до 15,0 включ.	Мышьяк	От 0,0010 до 5,0 включ.
Свинец	От 0,001 до 15,0 включ.	Сурьма	От 0,0010 до 5,0 включ.
Висмут	От 0,005 до 0,50 включ.	—	—

Общие требования к методом 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 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 1973—77 Реактивы. Ангидрид мышьяковистый. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3778—98 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4201—79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 10484—78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия
ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 22860—93 Кадмий высокой чистоты. Технические условия
ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
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—2002** 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, кадмия, висмута, мышьяка, 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 измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли меди, цинка, свинца, висмута, кадмия, мышьяка при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Компонент	Диапазон измерений массовой доли компонента	Показатель точности $\pm \Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
			повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
Медь	От 0,100 до 0,200 включ.	0,028	0,028	0,042
	Св. 0,20 » 0,40 »	0,04	0,04	0,06
	» 0,40 » 1,00 »	0,05	0,05	0,07
	» 1,00 » 1,20 »	0,06	0,06	0,08
	» 1,20 » 1,60 »	0,07	0,07	0,10
	» 1,60 » 2,50 »	0,08	0,09	0,12
	» 2,50 » 3,50 »	0,10	0,10	0,14
	» 3,50 » 5,00 »	0,11	0,12	0,16
	» 5,00 » 7,00 »	0,13	0,13	0,18
	» 7,00 » 10,00 »	0,14	0,15	0,20

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

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Продолжение 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 0,020 включ.	0,005	0,005	0,007
	Св. 0,020 » 0,040 »	0,010	0,010	0,014
	» 0,040 » 0,100 »	0,025	0,025	0,036
	» 0,10 » 0,20 »	0,03	0,03	0,04
	» 0,20 » 0,40 »	0,04	0,04	0,06
	» 0,40 » 1,00 »	0,08	0,08	0,11
	» 1,00 » 3,00 »	0,16	0,16	0,23
	» 3,00 » 6,00 »	0,20	0,20	0,29
	» 6,0 » 15,0 »	0,3	0,3	0,5
Свинец	От 0,010 до 0,020 включ.	0,005	0,005	0,007
	Св. 0,020 » 0,040 »	0,010	0,010	0,014
	» 0,040 » 0,100 »	0,025	0,025	0,036
	» 0,10 » 0,20 »	0,03	0,03	0,04
	» 0,20 » 0,40 »	0,04	0,04	0,06
	» 0,40 » 1,00 »	0,10	0,10	0,14
	» 1,00 » 3,00 »	0,14	0,14	0,20
	» 3,00 » 6,00 »	0,16	0,16	0,23
	» 6,00 » 15,00 »	0,26	0,25	0,36
Висмут	От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,002	0,003
	Св. 0,010 » 0,030 »	0,006	0,005	0,008
	» 0,030 » 0,050 »	0,010	0,010	0,014
	» 0,050 » 0,100 »	0,016	0,015	0,022
	» 0,10 » 0,50 »	0,05	0,05	0,07
Кадмий	От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0006	0,0006	0,0008
	Св. 0,0020 » 0,0050 включ.	0,0010	0,0010	0,0014
	» 0,0050 » 0,0100 »	0,0020	0,0020	0,0029
	» 0,010 » 0,040 »	0,005	0,005	0,007
	» 0,040 » 0,100 »	0,010	0,010	0,014
	» 0,100 » 0,300 »	0,020	0,020	0,029
Мышьяк	От 0,005 до 0,010 включ.	0,0025	0,0021	0,0035
	Св. 0,010 » 0,020 »	0,004	0,003	0,005
	» 0,020 » 0,040 »	0,005	0,005	0,007
	» 0,040 » 0,080 »	0,011	0,010	0,015
	» 0,080 » 0,160 »	0,021	0,020	0,030
	» 0,16 » 0,30 »	0,05	0,04	0,07
	» 0,30 » 0,60 »	0,11	0,08	0,15
	» 0,60 » 1,2 »	0,18	0,15	0,25
	» 1,20 » 2,40 »	0,25	0,25	0,35
	» 2,4 » 5,0 »	0,4	0,3	0,5
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	0,10	0,24

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой в качестве источника возбуждения со всеми принадлежностями;

- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104 с дискретностью 0,0001 г;
- систему для разложения проб типа HotBlock или аналогичную;
- шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева до 105 °С;
- колбы мерные 2–50–2, 2–100–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2–100–13/23 ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1-100 ТС, В-1-250-ТС, по ГОСТ 25336;
- пипетки 1–2–2–1, 1–2–2–2, 1–2–2–5, 1–2–2–10 по ГОСТ 29227;
- мензурки 50 по ГОСТ 1770;
- чашки стеклоуглеродные;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы, растворы:
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461 или кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 или кислоту соляную особой чистоты по ГОСТ 14261 и разбавленную 1:5 и 1:19;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:3;
- аргон газообразный по ГОСТ 10157;
- кадмий по ГОСТ 1467 марки не ниже Кд1;
- медь по ГОСТ 859 марки не ниже М1;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201;
- натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 50 г/дм^3;
- свинец по ГОСТ 3778 не ниже марки С1;
- цинк по ГОСТ 3640 марки не ниже Ц1;
- стандартные образцы состава раствора ионов: меди, цинка, свинца, кадмия, висмута, мышьяка, сурьмы с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3;
- кислоту борную по [1], раствор массовой концентрации 40 г/см^3;
- кислоту хлорную по [2];
- мышьяк металлический по [3];
- фенолфталеин по [4];
- фильтры обеззоленные по [5] или аналогичные.

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений, утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативной документации при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в методике измерений.

5 Сущность метода измерений

Метод основан на измерении интенсивности спектральных линий определяемых компонентов при возбуждении атомов раствора пробы в индуктивно связанной плазме.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Подготовка прибора к выполнению измерений

Подготовку спектрометра к выполнению измерений проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

6.2 Приготовление растворов известной концентрации

6.2.1 При приготовлении раствора А ионов меди массовой концентрации 1 мг/см^3 в стакан вместимостью 250 см^3 помещают навеску металлической меди массой 1,000 г и растворяют в объеме от 10 до 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор выпаривают до влажных солей. Охлаждают, приливают 10 см^3 соляной кислоты и вновь выпаривают до влажных солей. Соли растворяют в 60 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

При приготовлении раствора Б ионов меди массовой концентрации 0,1 мг/см³ раствор А разбавляют в 10 раз.

При приготовлении раствора В ионов меди массовой концентрации 0,01 мг/см³ раствор Б разбавляют в 10 раз.

6.2.2 При приготовлении раствора А ионов цинка массовой концентрации 1 мг/см³ в стакан вместимостью 250 см³ помещают навеску металлического цинка массой 1,000 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.

При приготовлении раствора Б ионов цинка массовой концентрации 0,1 мг/см³ раствор А разбавляют в 10 раз.

При приготовлении раствора В ионов цинка массовой концентрации 1 мг/см³ раствор Б разбавляют в 10 раз.

6.2.3 При приготовлении раствора А ионов свинца массовой концентрации 1 мг/см³ в стакан вместимостью 250 см³ помещают навеску металлического свинца массой 1,000 г и приливают 50 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до растворения. Раствор охлаждают, разбавляют водой примерно до объема 100 см³ и кипятят в течение от 2 до 5 мин для удаления оксида азота. Затем раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

При приготовлении раствора Б ионов свинца массовой концентрации 0,1 мг/см³ раствор А разбавляют в 10 раз.

При приготовлении раствора В ионов свинца массовой концентрации 0,01 мг/см³ раствор Б разбавляют в 10 раз.

6.2.4 При приготовлении раствора А ионов кадмия массовой концентрации 1 мг/см³ в стакан вместимостью 250 см³ помещают навеску металлического кадмия массой 1,000 г и приливают от 20 до 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, при умеренном нагревании. Раствор выпаривают до объема от 2 до 3 см³. Приливают 10 см³ соляной кислоты и упаривают до влажных солей. Раствор охлаждают, приливают 60 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до растворения солей. Затем раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

При приготовлении раствора Б ионов кадмия массовой концентрации 0,1 мг/см³ раствор А разбавляют в 10 раз.

При приготовлении раствора В ионов кадмия массовой концентрации 0,01 мг/см³ раствор Б разбавляют в 10 раз.

6.2.5 При приготовлении раствора А массовой концентрации висмута 1 мг/см³ навеску висмута массой 1,000 г растворяют при слабом нагревании в 30 см³ азотной кислоты, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

При приготовлении раствора Б ионов висмута массовой концентрации 0,1 мг/см³ раствор А разбавляют в 10 раз.

При приготовлении раствора В ионов висмута массовой концентрации 0,01 мг/см³ раствор Б разбавляют в 10 раз.

6.2.6 При приготовлении раствора А ионов мышьяка массовой концентрации 1 мг/см³:

- из металлического мышьяка: в коническую колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,1000 г металлического мышьяка, приливают 20 см³ смеси кислот азотной и соляной (3:1), растворяют при нагревании. Раствор выпаривают до объема от 2 до 3 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, перемешивают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают;

- из оксида мышьяка (V): в коническую колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,1320 г оксида мышьяка, приливают от 5 до 7 см³ раствора гидроксида натрия при умеренном нагревании, приливают 50 см³ воды, 1 каплю раствора фенолфталеина и нейтрализуют серной кислотой, разбавленной 1:3. К раствору осторожно при перемешивании добавляют 1 г кислого углекислого натрия, раствор охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б ионов мышьяка массовой концентрации 0,1 мг/см³ раствор А разбавляют в 10 раз.

При приготовлении раствора В ионов мышьяка массовой концентрации 0,01 мг/см³ раствор Б разбавляют в 10 раз.

Примечание — Допускается приготовление объединенного раствора Б, для чего в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают аликвоты 10 см^3 растворов А меди, цинка, свинца, кадмия и мышьяка, после каждой аликвоты перемешивают, доливают водой до метки и перемешивают.

Разбавлением объединенного раствора Б готовят объединенный раствор В.

6.2.7 При приготовлении раствора А массовой концентрации сурьмы 1 мг/см^3 навеску сурьмы массой 0,1000 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 и растворяют при нагревании в 20 см^3 смеси азотной и соляной кислот. Раствор выпаривают до объема от 2 до 3 см^3, добавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты, разбавленной 1:6, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки этим же раствором соляной кислоты и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации сурьмы 0,1 мг/см^3 10,0 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки раствором соляной кислоты, разбавленной 1:6, и перемешивают.

При приготовлении раствора В ионов сурьмы массовой концентрации 0,01 мг/см^3 раствор Б разбавляют в 10 раз водой.

6.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочных графиков готовят серию градуировочных растворов.

6.3.1 Градуировочные растворы при разложении проб в стаканах и стеклоуглеродных чашках

Для этого в мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая последовательно помещают аликвоты растворов меди, цинка, свинца, кадмия, висмута, мышьяка или сурьмы или их объединенные растворы согласно таблице 3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

Примечание — Если при разложении применяют серную кислоту (7.1.2.2), то в градуировочные растворы дополнительно приливают по 2 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

6.3.2 Градуировочные растворы при разложении проб в системе HotBlock

В ряд полиэтиленовых или фторопластовых пробирок приливают от 0,5 до 1 см^3 воды и кислоты в соответствии с 7.1.4 , проводят первую стадию нагревания, приливают 10 см^3 раствора борной кислоты, проводят 2-ю стадию нагревания. Растворы из пробирок переливают в ряд мерных колб вместимостью 100 см^3. Затем в эти колбы приливают аликвоты растворов компонентов в соответствии с таблицей 3, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

Объем аликвоты раствора, см^3			Концентрация компонента в градуировочном растворе, мкг/см^3	Массовая доля компонента (из расчета 0,5 г пробы разведение 50 см^3),
Раствор А (1 мг/см^3 Ме)	Раствор Б (0,1 мг/см^3 Ме)	Раствор В (0,01 мг/см^3 Ме)		
0	0	0	0	0
0	0	1,0	0,1	0,001
0	0	5,0	0,5	0,005
0	2,5	0	2,5	0,025
0	10,0	0	10,0	0,10
5,0	0	0	50,0	0,50
10,0	0	0	100	1,00

Примечания

1 Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности ИСП спектрометра, интервала определяемых концентраций.

2 Допускается выражать массовую концентрацию в градуировочных растворах в процентах на определенную навеску и разведение.

3 Для приготовления растворов допускается использовать стандартные образцы растворов ионов меди, цинка, свинца, висмута, кадмия, мышьяка, сурьмы, растворы стандартных образцов, аттестованных на массовую долю меди, цинка, свинца, висмута, кадмия, мышьяка, сурьмы и проведенных через ход анализа.

6.3.3 Построение градуировочных графиков

Определение градуировочных характеристик, обработка и хранение результатов градуировки проводится с использованием стандартного программного обеспечения, входящего в комплект спектрометра.

Выполняют не менее двух измерений аналитических сигналов компонентов в каждом градуировочном растворе. Рекомендуемые длины волн для измерения эмиссии указаны в таблице 4. Мощность плазмы, расход аргона, высоту регистрируемой зоны плазмы и другие параметры устанавливают так, чтобы достигнуть оптимальных значений по чувствительности и точности определения компонентов.

Таблица 4

Определяемый компонент	Рекомендуемые длины волн, нм	
Медь	327,396	324,754
Цинк	213,856	206,200
Свинец	216,999	168,215
Кадмий	214,438	226,502
Висмут	306,772	—
Мышьяк	189,042	193,759
Сурьма	206,833	—
Примечание — Допускается применение других длин волн при условии обеспечения требуемых метрологических характеристик.		

Рассчитывают градуировочные графики измеряемых компонентов с помощью программного обеспечения в координатах «среднее значение интенсивности излучения — концентрация определяемого компонента (мкг/см^3, мг/см^3 или %)». Полученные градуировочные характеристики для каждого измеряемого компонента сохраняются в памяти управляющей программы и участвуют при расчете концентраций компонентов в анализируемых пробах.

7 Выполнение измерений

7.1 Разложение материала пробы

7.1.1 Рекомендуемая масса навески пробы и разбавление указаны в таблице 5.

Таблица 5

Массовая доля компонента, %	Масса пробы, г	Объем разбавления, см^3	Объем аликвоты, см^3	Объем разбавления, см^3
От 0,001 до 0,2 включ.	0,5	50	Без аликвотирования	—
Св. 0,01 » 0,5 »	0,5	100	Без аликвотирования	—
» 0,02 » 2,5 »	0,2	100	Без аликвотирования	—
» 0,05 » 5,0 »	0,1	100	Без аликвотирования	—
» 5,0	0,1	100	5,0	50
Примечания 1 Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности прибора, однородности анализируемого материала и т. д. 2 Масса навески анализируемого материала определяется концентрацией компонента с наименьшей массовой долей.				

7.1.2 Разложение в стаканах (рекомендуется для проб с массовой долей оксида кремния до 30 %)

7.1.2.1 Навеску пробы массой от 0,1 до 0,5 г (таблица 5) помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 250 см^3, смачивают от 0,5 до 1 см^3 воды, приливают от 10 до 15 см^3 азотной кислоты, затем

от 10 до 15 см³ соляной кислоты, выдерживают «на холоду» до прекращения бурной реакции. После прекращения бурной реакции стакан (колбу) ставят на плиту для дальнейшего растворения. Нагревают до растворения навески. Затем выпаривают раствор при умеренном нагревании до влажных солей. Приливают 5 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают раствор до влажных солей. Стакан охлаждают, приливают 5 (10) см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1 (при объеме разбавления 50 и 100 см³ соответственно), от 10 до 15 см³ воды и нагревают до растворения солей.

7.1.2.2 Если в пробе не требуется определять массовую долю свинца, то разложение навески следует проводить следующим образом: после растворения навески в смеси соляной и азотной кислот в стакан приливают 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до начала выделения паров серной кислоты. Охлаждают стакан, обмывают стенки водой и вновь нагревают раствор до начала выделения паров серной кислоты. Стакан охлаждают, приливают 5 (10) см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1 (при объеме разбавления 50 и 100 см³ соответственно), от 10 до 15 см³ воды и нагревают до растворения солей.

7.1.2.3 Раствор, полученный по 7.1.2.1 и 7.1.2.2, переливают в мерную колбу вместимостью от 50 до 100 см³ в зависимости от массовой доли определяемых компонентов, охлаждают, доливают до объема водой и перемешивают.

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

7.1.3 Разложение в стеклоуглеродных чашках (рекомендуется для проб с массовой долей оксида кремния свыше 30 %, не рекомендуется при определении массовой доли мышьяка)

Навеску пробы помещают в стеклоуглеродную чашку (тигель), смачивают водой, приливают кислоты: от 10 до 15 см³ соляной и от 5 до 10 см³ азотной. После завершения бурной реакции приливают от 10 до 20 см³ фтористоводородной кислоты и 5 см³ хлорной кислоты. При анализе сульфидных продуктов поступают следующим образом: в стеклоуглеродную чашку (тигель) приливают от 5 до 10 см³ азотной кислоты. После завершения бурной реакции приливают кислоты: от 10 до 15 см³ соляной, от 10 до 20 см³ фтористоводородной и 5 см³ хлорной.

Затем раствор нагревают до разложения основной массы навески пробы и продолжают нагревание до выделения густых паров хлорной кислоты. (Если в пробе не определяют массовую долю свинца, то хлорную кислоту можно заменить на 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1). Чашку или тигель снимают с плиты, обмывают стенки водой и вновь нагревают раствор, выпаривая его досуха. Чашку охлаждают, приливают 5 (10) см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1 (при объеме разбавления 50 и 100 см³ соответственно), от 30 до 40 см³ воды, нагревают до растворения солей, охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. При необходимости раствор фильтруют в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

7.1.4 Разложение в системе для разложения HotBlock

В полиэтиленовую или тефлоновую пробирку системы HotBlock помещают навеску пробы массой от 0,1 до 0,5 г (таблица 5). Смачивают от 0,5 до 1 см³ воды, приливают кислоты: 2 см³ азотной, 8 см³ соляной и 1 см³ фтористоводородной. Выдерживают «на холоду» до прекращения бурной реакции.

Затем закрывают крышкой и выполняют первую стадию разложения: устанавливают пробирки в ячейки HotBlock, задают температуру 95 °С и выдерживают при этой температуре от 45 до 60 мин до растворения навески.

По окончании первой стадии пробирку с раствором вынимают из ячейки системы разложения и охлаждают до комнатной температуры. Открывают крышку и приливают 10 см³ раствора борной кислоты. Крышку вновь закрывают и выдерживают раствор в ячейке HotBlock в течение 20—30 мин. Затем пробирки вынимают из ячеек, охлаждают до комнатной температуры, приливают от 15 до 20 см³ воды и затем переливают в мерную колбу вместимостью 50 или 100 см³ (таблица 5), доливают водой до метки и перемешивают.

7.1.5 Для внесения поправки на массовую долю меди, цинка, свинца, кадмия, висмута, мышьяка, сурьмы в реактивах через все стадии анализа проводят холостой опыт.

7.2 Выполнение измерений проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра.

7.3 Выполняют два параллельных измерения.

7.4 Измерение следует начинать по истечении от 20 до 30 мин после зажигания плазмы для стабилизации условий измерений.

8 Обработка результатов измерений

8.1 Обработку и хранение результатов измерений массовой концентрации определяемого компонента в пробе проводят с использованием программного обеспечения, входящего в комплект спектрометра.

8.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое 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 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 среднее арифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

Библиография

[1] Технические условия ТУ КОМП 3-091—09 — Кислота борная. Особой чистоты

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

[3] Технические условия ТУ 113-12-112—89 — Мышьяк металлический для полупроводниковых соединений особо чистый

[4] Технические условия ТУ 6-09-5360—88 — Фенолфталеин

[5] Технические условия ТУ 264221-001-05015242—07 — Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)

УДК 622.343-15:546.77.06:006.354 МКС 73.060.99 А39

Ключевые слова: руды медесодержащие и полиметаллические, и продукты их переработки, компонент, раствор, измерение массовой доли меди, цинка, свинца, висмута, кадмия, мышьяка, сурьмы методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой, градуировочный график

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

Сдано в набор 15.07.2015. Подписано в печать 14.08.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 36 экз. Зак. 2827.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru nfo@gostinfo.ru

gost.e-ecolog.ru