ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 58954— 2020

РУДЫ МЕДЕСОДЕРЖАЩИЕ И ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Измерение массовой доли цинка в минеральных формах

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 августа 2020 г. № 470-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2020

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 3
4 Метод измерений . . . 3
5 Точность (правильность и прецизионность) метода . . . 3
6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы и растворы . . . 4
7 Подготовка к выполнению измерений . . . 5
7.1 Раствор трилона Б (соли динатриевой этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты) с молярной концентрацией 0,05 (0,025) моль/дм^3 . . . 5
7.2 Раствор диэтилдитиофосфата натрия (содового аэрофлота) с массовой концентрацией 40 г/дм^3 . . . 5
7.3 Спирт этиловый ректификованный, обезвоженный . . . 6
7.4 Смесь Лоу . . . 6
7.5 Хлоридно-аммиачный буферный раствор (pH 5,6—5,8) . . . 6
7.6 Ксиленоловый оранжевый индикатор . . . 6
7.7 Раствор фтористого аммония с массовой концентрацией 200 г/дм^3 . . . 6
7.8 Раствор хлорида аммония с массовой концентрацией 10 г/дм^3 . . . 6
7.9 Раствор гидроксида калия с массовой концентрацией 200 г/дм^3 . . . 6
7.10 Раствор серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия) с массовой концентрацией 200 г/дм^3 . . . 6
7.11 Установление массовой концентрации раствора трилона Б . . . 6
7.12 Приготовление растворов известной концентрации . . . 7
7.13 Приготовление градуировочных растворов . . . 7
7.14 Подготовка атомно-абсорбционного спектрофотометра к выполнению измерений . . . 8
7.15 Отбор и подготовка проб . . . 8
8 Подготовка материала проб для измерений . . . 8
8.1 Растворение материала пробы для измерений массовой доли цинка в виде сульфатов . . . 8
8.2 Растворение материала пробы для измерений массовой доли цинка в окисленных формах . . . 9
8.3 Подготовка для измерения массовой доли цинка в виде сульфидов . . . 10
9 Выполнение измерений . . . 10
9.1 Атомно-абсорбционный метод измерений массовой доли цинка . . . 10
9.2 Титриметрический (комплексонометрический) метод измерений массовой доли цинка . . . 10
10 Обработка результатов измерений . . . 11
11 Контроль точности результатов измерений в пределах лаборатории . . . 11
12 Оформление результатов измерений . . . 12
Библиография . . . 13

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

РУДЫ МЕДЕСОДЕРЖАЩИЕ И ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Измерение массовой доли цинка в минеральных формах

Copper and complex ores, and products of their processing.
Methods for weight fraction measurement of zink in mineral forms

Дата введения — 2021—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический (комплексонометрический) и атомно-абсорбционный методы измерений массовой доли цинка в минеральных формах в рудах медесодержащих и полиметаллических и продуктах их переработки.

Минеральные формы цинка и диапазон измерений массовой доли цинка представлены в таблице 1.

Таблица 1 — Минеральные формы цинка

В процентах

Минеральные формы цинка	Массовая доля цинка
Сульфаты цинка	От 0,010 до 10,0 включ.
Окисленные минералы цинка: - оксиды (цинкит) - карбонаты (смитсонит) - силикаты (виллемит, каламин)	От 0,010 до 10,0 включ.
Сульфидные минералы цинка: - сфалерит - вюртцит - марматит	От 0,010 до 40,0 включ.

Общие требования к методике измерений, требования безопасности, контроль точности результатов измерений в соответствии с ГОСТ 32221.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3769 Реактивы. Аммоний сернокислый. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4518 Реактивы. Аммоний фтористый. Технические условия

ГОСТ 5457 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 5955 Реактивы. Бензол. Технические условия

ГОСТ 8677 Реактивы. Кальция оксид. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14262 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 20478 Реактивы. Аммоний надсернокислый. Технические условия

ГОСТ 22867 Реактивы. Аммоний азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 27068 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

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

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

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32221 Концентраты медные. Методы анализа

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 8.563 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 8.753 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы материалов (веществ). Основные положения

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

СТ СЭВ 543 Числа. Правила записи и округления

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 заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 8.563, ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ 27025 и [1].

4 Метод измерений

4.1 Метод измерений массовой доли цинка в минеральных формах основан на селективном разделении минеральных форм цинка путем обработки пробы соответствующими растворителями с последующим измерением массовой доли цинка в полученных растворах атомно-абсорбционным или объемным (комплексонометрическим) трилонометрическим методом.

4.2 Метод измерений массовой доли цинка в сульфатах основан на обработке проб водой.

В случае присутствия в руде значительных количеств оксидов и карбонатов, выделяющих цинк из водного раствора ее солей (оксидов кальция, магния, цинка, свинца или карбонатов этих металлов), а также металлического железа для растворения используют диэтилдитиофосфат натрия (содовый аэрофлот), с последующим извлечением цинка бензолом и разрушением образовавшегося комплекса кипячением с азотной кислотой.

4.3 Метод измерений свободных окисленных минералов цинка и сульфидов цинка основан на обработке пробы смесью Лоу по 7.4 с последующей фильтрацией. Фильтрат используют для определения окисленных форм цинка, а осадок на фильтре — для измерения массовой доли сульфидов цинка.

5 Точность (правильность и прецизионность) метода

Точность измерений массовой доли цинка соответствует характеристикам, приведенным в таблицах 2 и 3 (при доверительной вероятности $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) приведены в таблицах 2 и 3.

Таблица 2 — Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли цинка в медесодержащих и полиметаллических рудах и продуктах их переработки (за исключением цинковых концентратов)

В процентах

Диапазоны измерений массовой доли цинка	Показатели точности ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,010 до 0,030 включ.	0,005	0,005	0,007
Св. 0,030 до 0,100 включ.	0,010	0,010	0,014
Св. 0,10 до 0,20 включ.	0,04	0,03	0,05
Св. 0,20 до 0,40 включ.	0,04	0,04	0,06
Св. 0,40 до 0,80 включ.	0,05	0,05	0,07
Св. 0,80 до 1,00 включ.	0,08	0,08	0,11
Св. 1,00 до 2,00 включ.	0,11	0,11	0,16
Св. 2,00 до 3,00 включ.	0,16	0,16	0,22
Св. 3,00 до 4,00 включ.	0,18	0,18	0,25
Св. 4,00 до 5,00 включ.	0,20	0,20	0,28
Св. 5,00 до 6,00 включ.	0,22	0,22	0,30
Св. 6,00 до 7,00 включ.	0,25	0,25	0,36
Св. 7,00 до 9,00 включ.	0,29	0,28	0,41

Окончание таблицы 2

Диапазоны измерений массовой доли цинка	Показатели точности ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
Св. 9,00 до 12,00 включ.	0,30	0,30	0,42
Св. 12,0 до 15,0 включ.	0,4	0,4	0,6

Таблица 3 — Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли цинка в цинковых концентратах

В процентах

Диапазоны измерений массовой доли цинка	Показатели точности ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
От 15,0 до 25,0 включ.	0,3	0,3	0,4
Св. 25,0 до 30,0 включ.	0,3	0,4	0,4
Св. 30,0 до 40,0 включ.	0,3	0,4	0,5
Св. 40,0 до 45,0 включ.	0,4	0,5	0,5
Св. 45,0 до 55,0 включ.	0,4	0,5	0,6
Св. 55,0 до 60,0 включ.	0,5	0,6	0,6
Св. 60,0	0,5	0,6	0,7

6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы и растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения на цинк;
- весы с наибольшим пределом взвешивания 200 г специального класса точности по ГОСТ Р 53228 или ГОСТ OIML R 76-1 с дискретностью 0,0001 г;
- печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева до 1000 °С;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- устройство механическое перемешивающее, обеспечивающее частоту колебаний платформы до 140 колебаний в минуту;
- титратор автоматический с фотометрической индикацией конечной точки титрования;
- pH-метр с комбинированным электродом с чувствительностью 0,05 единиц pH;
- баню водяную;
- колбы мерные 2—50—2, 2—100—2, 2—200—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2—250—19/26 ТХС, Кн-2—500—29/32 ТХС, Кн-2—2000—29/32 ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1—250 ТХС, В-1—1000 ТХС по ГОСТ 25336;
- бюретки по ГОСТ 29251;
- мензурки по ГОСТ 1770;
- воронку делительную ВД-1—250 ХС по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- воронку Бюхнера по ГОСТ 9147;
- ступки фарфоровые по ГОСТ 9147;
- посуду (чашки, тигли) из стеклоуглерода марки СУ-2000;
- бумагу индикаторную универсальную;
- стандартные образцы (СО) состава раствора ионов цинка по ГОСТ Р 8.753;
- стекла часовые.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:2, 1:9;
- аммоний фтористый по ГОСТ 4518, раствор 200 г/дм^3;
- аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор 10 г/дм^3;
- аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478;
- аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867;
- аммоний сернокислый по ГОСТ 3769;
- бензол по ГОСТ 5955;
- воду для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501 или воду дистиллированную по ГОСТ Р 58144;
- диэтилдитиофосфат натрия (содовый аэрофлот), спиртовой раствор с массовой концентрацией 40 г/дм^3;
- квасцы железоаммонийные, раствор с массовой концентрацией 90 г/дм^3;
- оксид кальция по ГОСТ 8677;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную 1:1 и раствор 1 моль/дм^3;
- кислоту серную по ГОСТ 4204 или ГОСТ 14262, разбавленную 1:1;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1;
- кислоту уксусную по ГОСТ 61 и разбавленную 1:9;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм^3;
- натрий уксуснокислый (натрия ацетат) по ГОСТ 199, раствор 200 г/дм^3;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233;
- спирт этиловый технический по ГОСТ Р 55878, обезвоженный;
- соль динатриевую этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652; раствор с молярной концентрацией 0,05 (0,025) моль/дм^3;
- цинк по ГОСТ 3640 марки не ниже ЦВ;
- бумагу фильтровальную марки ФС (ФМ) по ГОСТ 12026;
- фильтры обеззоленные;
- индикатор ксиленоловый оранжевый;
- смесь ксиленолового оранжевого индикатора с азотнокислым аммонием или хлористым натрием в соотношении 1:100;
- ацетилен по ГОСТ 5457;
- калия гидроксид по ГОСТ 24363, раствор 200 г/дм^3;
- раствор буферный хлоридно-аммиачный (pH 5,6—5,8);
- воздух, сжатый под давлением от $2 \cdot 10^5$ до $6 \cdot 10^5$ Па.

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 другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в настоящем стандарте.

7 Подготовка к выполнению измерений

7.1 Раствор трилона Б (соли динатриевой этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты) с молярной концентрацией 0,05 (0,025) моль/дм^3

Навеску соли массой 18,61 (9,31) г растворяют в 200 см^3 нагретой до температуры от 50 °С до 60 °С воды. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, перемешивают, охлаждают, доливают до метки прокипяченной и охлажденной водой и перемешивают. Срок хранения раствора — три месяца.

Примечание — Допускается готовить растворы трилона Б из стандарт-титров.

7.2 Раствор диэтилдитиофосфата натрия (содового аэрофлота) с массовой концентрацией 40 г/дм^3

К 1000 см^3 обезвоженного этилового ректификованного спирта (по 7.3) прибавляют 40 г диэтилдитиофосфата натрия, насыщают по времени от 8 до 10 дней, периодически (4—5 раз в сутки)

перемешивая раствор. Затем отфильтровывают спиртовой раствор через сухой фильтр на воронке Бюхнера. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой. Срок хранения — три месяца.

7.3 Спирт этиловый ректификованный, обезвоженный

В сухую колбу вместимостью 2000 $см^3$ помещают от 50 до 100 г оксида кальция и приливают 1000 $см^3$ этилового спирта, оставляют на срок от двух до трех дней, периодически перемешивая раствор. Отфильтровывают обезвоженный спирт через сухой фильтр и сохраняют в сосуде с притертой пробкой. Срок хранения — три месяца.

7.4 Смесь Лоу

Навеску хлорида аммония массой 110 г помещают в стакан вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в 400 $см^3$ воды, затем приливают 400 $см^3$ аммиака, доливают водой до объема 1000 $см^3$ и перемешивают. Срок хранения — три месяца.

7.5 Хлоридно-аммиачный буферный раствор (pH 5,6—5,8)

Навеску хлорида аммония массой 20 г помещают в стакан вместимостью 1000 $см^3$, приливают 100 $см^3$ воды, затем приливают 100 $см^3$ аммиака, доливают водой до объема 1000 $см^3$ и перемешивают. Контролируют показатель pH раствора с помощью pH-метра. При необходимости приливают раствор уксусной кислоты, разбавленной 1:9, или раствор аммиака, разбавленный 1:9 до значения pH 5,6—5,8. Срок хранения — три месяца.

7.6 Ксиленоловый оранжевый индикатор

Навеску индикатора массой 1 г растирают в тонкий порошок в ступке с навеской азотнокислого аммония или хлористого натрия массой 100 г. Срок хранения — один год.

7.7 Раствор фтористого аммония с массовой концентрацией 200 $г/дм^3$

Навеску фторида аммония массой 20 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, приливают от 50 до 70 $см^3$ воды, перемешивают до растворения соли, доливают водой до объема 100 $см^3$ и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в течение трех месяцев.

7.8 Раствор хлорида аммония с массовой концентрацией 10 $г/дм^3$

Навеску хлорида аммония массой 10 г помещают в стакан вместимостью 1000 $см^3$. Приливают от 150 до 200 $см^3$ воды, перемешивают до растворения соли, доливают водой до объема 1000 $см^3$ и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок хранения — один год.

7.9 Раствор гидроксида калия с массовой концентрацией 200 $г/дм^3$

Навеску гидроксида калия массой 20 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ приливают от 50 до 70 $см^3$ воды, перемешивают до растворения соли, доливают до объема 100 $см^3$ и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок хранения — один год.

7.10 Раствор серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия) с массовой концентрацией 200 $г/дм^3$

Навеску серноватистого натрия массой 200 г помещают в стакан вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в 800 $см^3$ воды, доливают водой до объема 1000 $см^3$ и перемешивают. Срок хранения — три месяца.

7.11 Установление массовой концентрации раствора трилона Б

Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают следующим образом: навеску цинка массой 0,1 г, взятую с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$, приливают 15 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и оставляют в теплом месте на 1—2 ч до полного растворения цинка. Раствор разбавляют водой до 200 $см^3$, прибавляют 8 г сернокислого аммония, 10 $см^3$ раствора фтористого аммония, 5 $см^3$ раствора тиосульфата натрия, от 0,05 до 0,1 г ксиленолового оранжевого индикатора. Раствор нейтрализуют добавлением по каплям серной кислоты, разбавленной 1:1, до появления бледно-розовой окраски. Затем приливают от 30 до

40 см^3 хлоридно-аммиачного буферного раствора с pH от 5,6 до 5,8 и титруют цинк раствором трилона Б с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 до перехода окраски от малиновой в лимонно-желтую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б, *С*, выраженную в граммах цинка на 1 см^3 раствора, г/см^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V}, \quad (1)$$

где m — масса навески цинка, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

Раствор трилона Б устойчив в течение одного месяца.

7.12 Приготовление растворов известной концентрации

7.12.1 Раствор А ионов цинка с массовой концентрацией 1 мг/см^3

В стакан (колбу) вместимостью 250 см^3 помещают навеску металлического цинка массой 1,0000 г и растворяют в 60 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, при умеренном нагревании до растворения навески. Затем раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Б ионов цинка с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3: раствор А разбавляют водой в 10 раз.

Раствор В ионов цинка с массовой концентрацией 0,01 мг/см^3: раствор Б разбавляют водой в 10 раз.

Срок хранения раствора А — один год, раствора Б — три месяца, раствор В — применяют свежеприготовленным.

7.12.2 Раствор стандартного образца состава раствора ионов цинка

Раствор ионов цинка с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3 готовят в соответствии с инструкцией по применению стандартных образцов растворов ионов.

При приготовлении раствор доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:5 и перемешивают.

Раствор ионов цинка с массовой концентрацией 0,01 мг/см^3 готовят разбавлением раствора ионов с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3 в 10 раз соляной кислотой, разбавленной 1:5.

7.13 Приготовление градуировочных растворов

7.13.1 Для построения градуировочной характеристики готовят серию градуировочных растворов.

7.13.2 В ряд мерных колб вместимостью 100 см^3 приливают аликвоты растворов цинка, 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, перемешивают, доливают водой до метки и перемешивают.

7.13.3 Данные для приготовления градуировочных растворов представлены в таблице 4.

Таблица 4

Номер раствора	Исходный раствор	Аликвота, см^3	Объем мерной колбы, см^3	Массовая концентрация, мкг/см^3
6	А	2	100	20
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 цинка в градуировочных растворах носят рекомендательный характер и зависят от характеристик используемого атомно-абсорбционного прибора, интервала определяемых концентраций. Для построения градуировочной характеристики допускается использовать 3—7 градуировочных растворов, но не менее трех.				

7.13.4 В зависимости от возможности программного обеспечения, входящего в комплект атомно-абсорбционного спектрофотометра, допускается построение градуировочной характеристики как в координатах «значение абсорбции анализируемого раствора» — «массовая концентрация цинка», так и в координатах «значение абсорбции анализируемого раствора» — «массовая доля цинка».

7.13.5 Построение градуировочной характеристики, обработку и хранение результатов градуировки проводят с использованием программного обеспечения, входящего в комплект атомно-абсорбционного спектрофотометра.

7.13.6 Построение градуировочной характеристики проводят каждый раз при выполнении измерений.

7.14 Подготовка атомно-абсорбционного спектрофотометра к выполнению измерений

7.14.1 Подготовку атомно-абсорбционного спектрофотометра осуществляют в соответствии с паспортом прибора и/или инструкцией по эксплуатации.

7.14.2 Градуировочные растворы по 7.13 распыляют в пламени «воздух-ацетилен». Выполняют не менее двух измерений аналитических сигналов цинка в каждом градуировочном растворе.

7.14.3 Аналитическая линия, рекомендуемая для выполнения измерений, 213,9 нм.

Примечание — Допускается применение других аналитических линий при условии обеспечения требуемых метрологических характеристик.

7.15 Отбор и подготовка проб

7.15.1 Отбор и подготовку проб для измерений проводят в соответствии с нормативными документами на конкретную продукцию.

7.15.2 Одновременно через стадии подготовки проб проводят не менее двух холостых опытов для внесения поправки в результат измерения на чистоту реактивов.

8 Подготовка материала проб для измерений

8.1 Растворение материала пробы для измерений массовой доли цинка в виде сульфатов

8.1.1 Навеску пробы массой от 3 до 10 г, взятую с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в колбу вместимостью 250 см^3, приливают 100 см^3 воды, перемешивают, закрывают пробкой, устанавливают на перемешивающее механическое устройство и перемешивают (встряхивают) в течение 1 ч. Полученную суспензию фильтруют через 1—2 слоя фильтра «синяя лента» или фильтровальной бумаги марки ФС (ФМ) в коническую колбу вместимостью 500 см^3, промывая колбу, в которой проводили растворение, и фильтр от трех до четырех раз горячей водой.

Примечания

1 Допускается проводить растворение без механического перемешивания, оставляя раствор на 12 ч.

2 Допускается проводить фильтрование раствора под вакуумом через воронку Бюхнера с 1—2 фильтрами «синяя лента».

Далее определение массовой доли цинка в виде сульфатов проводят в соответствии с 8.1.3 или 8.1.4.

8.1.2 В случае присутствия в пробе значительного количества оксидов и карбонатов для растворения проб используют сухой содовый аэрофлот или спиртовой раствор содового аэрофлота с массовой концентрацией 40 г/дм^3.

При применении сухого аэрофлота в колбу вместимостью 250 см^3 помещают от 0,1 до 0,2 г аэрофлота, приливают от 100 до 200 см^3 воды, помещают навеску пробы массой от 1 до 5 г, взятую с точностью до четвертого десятичного знака, перемешивают, закрывают пробкой, устанавливают на перемешивающее механическое устройство и перемешивают (встряхивают) в течение 1 ч. В колбу приливают от 15 до 20 см^3 бензола и снова устанавливают на перемешивающее механическое устройство и перемешивают (встряхивают) в течение 1 ч.

При использовании спиртового раствора аэрофлота в широкогорлую колбу вместимостью 500 см^3 приливают от 100 до 200 см^3 воды, 2 см^3 спиртового раствора аэрофлота и помещают навеску пробы, взятую с точностью до четвертого десятичного знака, массой 5,0 г (при массовой доле водорастворимых форм цинка не более 0,1 %), 2,0 г (при массовой доле сульфата цинка свыше 0,1 % до 0,4 %) или 1,0 г (при массовой доле сульфата цинка свыше 0,4 %). Колбу устанавливают на перемешивающее механическое устройство и перемешивают (встряхивают) в течение 1 ч. Приливают от 10 до 15 см^3 бензола и снова устанавливают на перемешивающее механическое устройство и перемешивают (встряхивают) в течение 1 ч. Раствор фильтруют через воронку Бюхнера через фильтр «синяя лента», тщательно обмывая колбу водой. Осадок на фильтре промывают два раза порциями бензола от 4 до 5 см^3 (в момент

приливания бензола водоструйный насос следует отключить). Бензольно-водный фильтрат переносят в делительную воронку и оставляют до полного расслаивания водного и бензольного слоев. Бензольную вытяжку сливают в колбу вместимостью от 50 до 100 см^3. В делительную воронку приливают от 5 до 10 см^3 воды, перемешивают в течение 1—2 мин, и повторно оставляют до полного расслаивания водного и бензольного слоев. Полученную бензольную вытяжку присоединяют к основному бензольному раствору. Отгоняют бензольную вытяжку на водяной бане до объема от 3 до 5 см^3. К остатку приливают от 5 до 8 см^3 азотной кислоты, добавляют около 1 г надсернокислого аммония и кипятят под стеклом в течение от 15 до 20 мин.

Раствор охлаждают, приливают 2 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают досуха. Остаток охлаждают, приливают 20 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до растворения солей. Далее подготовку раствора проводят по 8.1.3 или 8.1.4.

8.1.3 Для измерения массовой доли цинка в сульфатных минеральных формах атомно-абсорбционным методом раствор по 8.1.1 упаривают до объема 90 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, перемешивают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Раствор, полученный по 8.1.2, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

После отстаивания осадка полученный раствор поступает на измерение по 9.1.

Примечание — При необходимости раствор фильтруют через фильтр «синяя лента».

8.1.4 Для измерения массовой доли цинка в сульфатных минеральных формах титриметрическим (комплексонометрическим) методом к фильтрату, полученному по 8.1.1 или 8.1.2, приливают от 3 до 4 см^3 раствора железоаммонийных квасцов и аммиак до начала выделения гидроксида железа, прибавляют фторид аммония до растворения образовавшихся гидроксидов и добавляют в избыток до pH = 7, при этом контролируют pH раствора по универсальной индикаторной бумаге (pH = 7).

8.2 Растворение материала пробы для измерений массовой доли цинка в окисленных формах

8.2.1 Навеску пробы массой от 1 до 2 г, взятую с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают от 50 до 100 см^3 (в соотношении на 1 г — 50 см^3) смеси Лоу, закрывают часовым стеклом и нагревают в течение 2 ч при температуре от 50 °С до 60 °С, перемешивая и добавляя аммиак, разбавленный 1:2, по мере упаривания раствора, поддерживая первоначальный уровень раствора в колбе. Осадок отфильтровывают через фильтр «синяя лента», промывают от четырех до шести раз теплым раствором хлорида аммония концентрацией 10 г/дм^3 и от двух до трех раз горячей водой. Фильтрат собирают в стакан вместимостью 250 см^3. В полученном фильтрате определяют массовую долю цинка в окисленных минеральных формах по 8.2.2 или 8.2.3.

Осадок после фильтрования переносят на фильтр полностью, протирая стенки колбы кусочком фильтра. Осадок сохраняют для определения цинка в виде сульфидов по 8.3.

8.2.2 Для измерения массовой доли цинка в окисленных минеральных формах атомно-абсорбционным методом фильтрат по 8.2.1 кипятят до исчезновения запаха аммиака и упаривают до уменьшения объема раствора до примерно от 60 до 80 см^3. Раствор охлаждают, приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Доливают до метки водой, перемешивают. Полученный раствор поступает на измерение по 9.1.

8.2.3 Для измерения массовой доли цинка в окисленных минеральных формах титриметрическим методом фильтрат, полученный в 8.2.1, упаривают до объема от 100 до 120 см^3. Охлаждают, приливают аммиак до начала выпадения гидроксида железа, прибавляют фторид аммония до растворения образовавшихся гидроксидов и добавляют избыток до pH = 7, контролируя pH раствора по универсальной индикаторной бумаге (pH = 7). Далее подготовку и измерение раствора проводят по 9.2.

8.2.4 Если в фильтрат после обработки смесью Лоу переходит свинец, то подготовку проб продолжают следующим образом: фильтрат, полученный в 8.2.1, упаривают до объема 50 см^3, охлаждают, приливают 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и дважды доводят до сернокислых паров, обмывая стенки стакана водой. Затем приливают 50 см^3 воды, нагревают до кипения, оставляют на 3 ч и отфильтровывают осадок сульфата свинца через фильтр «синяя лента». Промывают от трех до пяти раз горячей водой. Фильтр с осадком отбрасывают и продолжают подготовку раствора по 8.2.2 или 8.2.3.

8.3 Подготовка для измерения массовой доли цинка в виде сульфидов

8.3.1 Фильтр с осадком, полученный по 8.2.1, озоляют при температуре от 600 °С до 650 °С. Осадок переносят в стеклоуглеродную чашку (тигель) и продолжают подготовку материала пробы по 8.3.2 или 8.3.3.

8.3.2 При измерении массовой доли цинка в виде сульфидов атомно-абсорбционным методом в стеклоуглеродную чашку (тигель) приливают 5 $см^3$ азотной кислоты, 10 $см^3$ соляной кислоты, прибавляют 3 г фторида аммония или 5 $см^3$ фтористоводородной кислоты. Содержимое чашки (тигля) выпаривают досуха и дважды обрабатывают соляной кислотой объемом по 10 $см^3$, выпаривая раствор досуха. Полученный осадок растворяют при нагревании в 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, переливают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

Полученный раствор поступает на измерение по 9.1.

Примечание — При необходимости раствор фильтруют через фильтр «синяя лента».

8.3.3 Если в пробе содержится свинец, то в стеклоуглеродную чашку (тигель) приливают 5 $см^3$ азотной кислоты, 10 $см^3$ соляной кислоты, прибавляют 3 г фторида аммония или 5 $см^3$ фтористоводородной кислоты, 10 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, и дважды доводят до сернокислых паров, обмывая стенки чашки (тигля) водой. Затем приливают от 30 до 50 $см^3$ воды, нагревают до растворения солей, оставляют на 3 ч и отфильтровывают осадок сульфата свинца через фильтр «синяя лента». Промывают от трех до пяти раз горячей водой. Фильтр с осадком отбрасывают и продолжают подготовку раствора по 8.2.2 или 8.2.3.

9 Выполнение измерений

9.1 Атомно-абсорбционный метод измерений массовой доли цинка

Анализируемый раствор вводят в пламя воздух-ацетилен атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют величину абсорбции атомов цинка при длине волны 213,9 нм. Выполняют не менее двух измерений аналитического сигнала и для расчета берут среднеарифметическое значение.

При смене растворов систему распыления промывают водой до получения нулевого показателя сигнала.

Рекомендованная максимальная величина измеряемой абсорбции примерно 0,4 Б. В случае необходимости для уменьшения ее значения допускается проводить измерения при менее чувствительной длине волны или изменить угол разворота горелки.

Если концентрация цинка в анализируемом растворе превышает его концентрацию в растворе последней точки градуировочного графика, то проводят разбавление анализируемого раствора. Кислотность разбавленного анализируемого раствора создают добавлением соляной кислоты, разбавленной 1:1, и она должна составлять 5 % по объему.

По найденному значению аналитического сигнала анализируемого раствора с учетом величины абсорбции раствора холостого опыта находят массовую концентрацию цинка по градуировочному графику.

Примечания

1 Допускается использовать для измерений массовой доли цинка метод ограничивающих растворов.

2 Допускается использовать для атомизации пробы пламя «пропан-бутан-воздух», если расхождения между параллельными определениями не превышают значений, указанных в таблицах 2 и 3.

9.2 Титриметрический (комплексонометрический) метод измерений массовой доли цинка

К анализируемому раствору добавляют от 0,05 до 0,1 г ксиленолового оранжевого индикатора, приливают по каплям соляную кислоту, разбавленную 1:1, до появления желтого цвета раствора (pH = 5). К полученному раствору приливают 20 $см^3$ раствора тиосульфата натрия концентрацией 200 $г/дм^3$ (окраска раствора не изменяется), 20 $см^3$ раствора уксуснокислого натрия концентрацией 200 $г/дм^3$ (окраска раствора должна перейти в фиолетовый цвет, если цвет раствора остается желтым, то приливают по каплям раствор гидроксида калия массовой концентрации 200 $г/дм^3$ до получения фиолетовой окраски раствора). Полученный раствор титруют раствором трилона Б до перехода окраски из фиолетовой в лимонно-желтую.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Массовую долю цинка X, %, при измерении атомно-абсорбционным методом вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 1000} = \frac{C \cdot V}{m \cdot 10000}, \quad (2)$$

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

V — объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

10.2 Массовую долю цинка X_1 (при дополнительном разбавлении), %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot V \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V_2 \cdot 1000 \cdot 1000} = \frac{C \cdot V \cdot V_1}{m \cdot V_2 \cdot 10000}, \quad (3)$$

где C — массовая концентрация цинка, 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.

10.3 Массовую долю цинка X_2, %, при измерении титриметрическим (комплексонометрическим) методом, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C_{Zn} \cdot V \cdot 100}{m}, \quad (4)$$

где C_{Zn} — массовая концентрация раствора трилона Б по цинку, г/см^3;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование цинка, с учетом объема раствора трилона Б, израсходованного на титрование холостого опыта, см^3;

m — масса навески пробы, г.

10.4 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 таблицах 2 и 3.

Если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, то выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (подпункт 5.2.2.1).

10.5 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблицах 2 и 3. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.3).

11 Контроль точности результатов измерений в пределах лаборатории

11.1 Контроль точности результатов измерений в пределах лаборатории осуществляют для методик измерений с установленными показателями точности (правильности и прецизионности) и допущенными к применению в установленном порядке в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

11.2 При реализации методик измерений в лаборатории обеспечивают оперативный контроль процедуры измерений и контроль стабильности результатов измерений.

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений приводят во внутренних документах лаборатории.

Процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют в документах лаборатории.

11.3 В качестве средств контроля могут быть использованы:

- образцы для контроля (ОК): стандартные образцы (СО) по ГОСТ Р 8.753 или аттестованные смеси (АС) по рекомендациям [2];

- рабочие пробы с известной добавкой определяемого компонента;
- рабочие пробы стабильного состава;
- другие методики измерений с установленными показателями точности (контрольные методики измерений), с показателями точности не хуже, чем у применяемой методики.

11.4 Контроль процедуры измерений с применением образцов для контроля (ОК) состоит в сравнении результата контрольного определения аттестованной характеристики образца для контроля $\bar{X}$ с аттестованным значением C по рекомендациям [3]. При этом применяемые ОК должны быть адекватны анализируемым пробам (возможные различия в составах анализируемых проб не должны вносить в результаты измерений статистически значимую погрешность). Погрешность аттестованного значения ОК должна быть не более одной трети от характеристики погрешности результатов измерений.

Если при проведении контроля применяют ОК, которые не использовались при установлении показателя точности результатов измерений, в случае превышения погрешности ОК одной трети погрешности методики измерений допускается норматив контроля K рассчитывать по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{AT}^2 + \Delta_{\bar{X}}^2}, \quad (5)$$

где Δ_{AT} — погрешность аттестованного значения ОК;

$\Delta_{\bar{X}}$ — значение показателя точности результатов измерений, соответствующее аттестованному значению ОК.

Градуировочную характеристику признают стабильной при выполнении следующего условия:

$$|X - C| \le K_{гр}, \quad (6)$$

где C — аттестованное значение массовой концентрации компонента в градуировочном образце;

X — найденное по градуировочному графику значение массовой концентрации компонента в градуировочном образце;

$K_{гр}$ — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики. Значения $K_{гр}$ не должны превышать $0{,}5\Delta$ (погрешности анализа).

11.5 Оперативный контроль процедуры измерений с применением метода добавок или контрольной методики измерений реализуют в соответствии с алгоритмами, приведенными в рекомендациях [3].

Допускается использовать и другие способы оперативного контроля процедуры измерений.

11.6 Для проверки стабильности результатов измерений в пределах лаборатории используют процедуры контроля согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6 и рекомендаций [3].

11.7 Выбор способа контроля зависит от анализируемых объектов и показателей, методов измерений, стоимости и длительности проведения измерений и т. п.

12 Оформление результатов измерений

12.1 За результат измерений принимают среднее арифметическое или медиану результатов параллельных определений.

Результаты измерений представляют в виде $X \pm \Delta$ (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$), (где X — результат измерений, %; $\pm\,\Delta$ — характеристика погрешности измерений, %).

Примечания

1 В случае, когда за окончательный результат измерений принимают медиану, значения критической разности и характеристики погрешности рассчитывают в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

2 При представлении результата измерений в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата измерений;
- способ определения результата измерений (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

12.2 Округление результатов измерений проводят в соответствии с требованиями СТ СЭВ 543.

Библиография

[1]	Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 61-2010	Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки
[2]	Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 60-2003	Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке
[3]	Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 76-2014	Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 622.343—15:546.77.06:006.354 ОКС 73.060.99

Ключевые слова: руды медесодержащие полиметаллические и продукты их переработки, минеральные формы, диапазоны измерений массовой доли цинка

БЗ 9—2020/21

Редактор *Е.А. Моисеева*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 10.08.2020. Подписано в печать 04.09.2020. Формат 60 × 84 $^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,33. Уч.-изд. л. 2,11.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru