МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 7—2000

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Восточным научно-исследовательским горно-металлургическим институтом цветных металлов (ВНИИцветмет)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Казахстан

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 12—97 от 21 ноября 1997 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 21 мая 1998 г. № 221 межгосударственный стандарт ГОСТ 30508—97 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 2003 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1998
© ИПК Издательство стандартов, 2004

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

Спектральный метод анализа

Lead concentrates.
Method of spectrum analysis

Дата введения 1999—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на свинцовые концентраты и устанавливает спектрографический метод определения следующих компонентов при массовой доле, %:

висмута — от 0,0005 до 0,5;
германия — от 0,0005 до 0,1;
кобальта — от 0,00025 до 0,1;
мышьяка — от 0,025 до 2,5;
никеля — от 0,001 до 0,1;
сурьмы — от 0,005 до 1,0.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 10216—75 Висмута (III) окись. Технические условия

ГОСТ 14047.4—78 Концентраты свинцовые. Фотометрические, полярографический и атомно-абсорбционный методы определения висмута

ГОСТ 14047.5—78 Концентраты свинцовые. Фотометрический и титриметрический методы определения мышьяка

ГОСТ 14047.7—78 Концентраты свинцовые. Фотометрический метод определения кобальта

ГОСТ 14047.9—78 Концентраты свинцовые. Фотометрический метод определения сурьмы

ГОСТ 14047.13—78 Концентраты свинцовые. Фотометрический метод определения германия

ГОСТ 22516—77 Олова (IV) оксид. Технические условия

ГОСТ 27329—87 Руды и концентраты цветных металлов. Общие требования к методам химического анализа

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на испарении определяемых элементов и элемента сравнения из кратера графитового электрода в дуге переменного тока и фотографировании полученного спектра.

4 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

4.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329.

4.2 Массовую долю компонента определяют параллельно на двух навесках (по трем спектрограммам, полученным от каждой навески). За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, полученных на одной фотопластинке.

4.3 Точность анализа контролируют сравнением с результатами, полученными по ГОСТ 14047.4, ГОСТ 14047.7, ГОСТ 14047.5, ГОСТ 14047.9, ГОСТ 14047.13 и методом добавок (при определении никеля) не реже одного раза в месяц, а также при смене образцов сравнения, буферной смеси, после ремонта спектральной установки и длительного перерыва в работе.

Издание официальное

4.4 Анализ считают точным, если результат, полученный стандартизуемым методом, отличается от результата, полученного контрольным методом, не более чем на $0{,}71\sqrt{D_1^2 + D_2^2}$, где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения стандартизуемого и контрольного методов.

4.5 При контроле точности анализа методом добавок массу добавки выбирают таким образом, чтобы аналитический сигнал увеличивался в 1,5—2 раза. Найденную массу добавки рассчитывают как разность массовых долей определяемого компонента в пробе с добавкой ($C_{п+д}$) и пробе ($C_п$).

Анализ пробы считают точным, если найденная добавка отличается от введенной не более чем на $0{,}71\sqrt{D_1^2 + D_2^2}$, где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения результатов анализа пробы и пробы с добавкой соответственно.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности — по ГОСТ 14047.5.

6 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрограф дифракционный ДФС-8 с решеткой 600 штр/мм и с трехлинзовой системой освещения щели.

Генератор дуги переменного тока.

Микрофотометр.

Спектропроектор.

Микрокалькулятор программируемый по ГОСТ 23468.

Весы торсионные с точностью взвешивания до 1 мг по ГОСТ 24104.

Весы равноплечие ручные с наибольшим пределом взвешивания до 200 г по ГОСТ 24104.

Ступки с пестиком яшмовая и фарфоровая.

Станок для заточки графитовых электродов.

Электроды графитовые марки С-3, ОСЧ 7-3 диаметром 6 мм с кратером диаметром 4 мм и глубиной 3 мм. В нижней части кратера просверливается поперечное сквозное отверстие диаметром 0,7—0,8 мм.

Контрэлектроды графитовые диаметром 6 мм, заточенные на усеченный конус, с площадкой диаметром 1,5—2,0 мм.

Порошок графитовый по действующей документации.

Свинца (II) оксид для спектрального анализа, х. ч., по ГОСТ 10275.

Железа (III) оксид, ч. д. а., по ГОСТ 4147.

Висмута (III) оксид по ГОСТ 10216.

Германия (IV) диоксид по действующей документации.

Кобальта (II, III) оксид, х. ч., по ГОСТ 4467.

Мышьяк металлический по действующей документации.

Никеля оксид черный, х. ч., по ГОСТ 4331.

Сурьмы (V) оксид, х. ч., по действующей документации.

Олова (IV) оксид, ч. д. а., по ГОСТ 22516.

Пластинки фотографические спектрографические ПФС-01.

Проявитель метолгидрохиноновый по действующей документации.

Фиксаж кислый по действующей документации.

7 ПОДГОТОВКА К ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗА

7.1 Приготовление образцов сравнения

7.1.1 Образцы сравнения готовят на основе оксида свинца.

7.1.2 Основной образец, содержащий 5 % висмута, по 1 % германия, кобальта и никеля, 25 % мышьяка и 10 % сурьмы, готовят следующим образом: в яшмовую ступку помещают 10,3858 г оксида свинца; 1,1148 г оксида висмута; 0,2882 г диоксида германия; 0,2724 г оксида кобальта; 5 г металлического мышьяка, растертого до крупности 0,08 мм; 0,2818 г оксида никеля; 2,6570 г оксида сурьмы и тщательно перемешивают в течение 2 ч.

7.1.3 Рабочие образцы сравнения готовят из основного и каждого вновь приготовленного разбавлением оксидом свинца в 10; 2,5 и 2 раза.

7.2 Приготовление буферной смеси

В фарфоровую ступку помещают 138 г графитового порошка, 60 г оксида железа, 2 г диоксида олова и перемешивают до однородности в течение 2 ч.

8 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

8.1 Навеску свинцового концентрата или образца сравнения массой 200 мг и навеску буферной смеси массой 200 мг помещают в яшмовую ступку и перемешивают в течение 7—10 мин.

8.2 Перетертый образец плотно набивают в кратер графитового электрода. От каждого образца сравнения и каждой пробы готовят по три электрода.

8.3 Спектры фотографируют на дифракционном спектрографе. Источником возбуждения спектров служит дуга переменного тока силой 16 А между вертикально расположенными графитовыми электродами. Нижним электродом дуги служит электрод с пробой, верхним — электрод, заточенный на усеченный конус. Расстояние между электродами 3 мм, время экспонирования 2 мин.

8.4 На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют почернения аналитических линий определяемых элементов ($S_{а.л + ф}$), элемента сравнения (S_{sn}) и фон около линий ($S_ф$), длины волн в нм:

висмут 306,77, фон справа от линии (для массовых долей от 0,0005 до 0,005 %);
висмут 299,33, фон слева от линии (для массовых долей от 0,005 до 0,5 %);
германий 303,90, фон слева от линии (для массовых долей от 0,005 до 0,5 %;
кобальт 345,35, фон справа от линии (для массовых долей от 0,0001 до 0,004 %);
кобальт 304,40, фон справа от линии (для массовых долей от 0,001 до 0,1 %);
мышьяк 286, 04, фон справа от линии (для массовых долей от 0,001 до 0,1 %);
никель 299,25, фон справа от линии (для массовых долей от 0,001 до 0,1 %);
сурьма 287,79, фон слева от линии;
олово 291,35 (линия сравнения).

8.5 Массовую долю определяемого элемента находят по градуировочному графику, построенному в координатах $\lg (I_{а.л}/I_{sn}) - \lg c$, где $\lg (I_{а.л}/I_{sn})$ — логарифм относительной интенсивности определяемого элемента, рассчитанный по измеренным значениям S_{sn}, $S_{а.л + ф}$, $S_ф$ на программируемом микрокалькуляторе по программе, приведенной в приложении А; c — массовая доля определяемого элемента в образцах сравнения, % (по массе).

9 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Абсолютная разность результатов параллельных определений (d) и результатов двух анализов (D) при доверительной вероятности 0,95 не должна превышать, %:

для висмута: $d = 0{,}16\bar{c}$; $D = 0{,}20\bar{c}$;
для германия: $d = 0{,}36\bar{c}$; $D = 0{,}30\bar{c}$;
для кобальта: $d = 0{,}36\bar{c}$; $D = 0{,}30\bar{c}$;
для мышьяка: $d = 0{,}30\bar{c}$; $D = 0{,}35\bar{c}$;
для никеля: $d = 0{,}50\bar{c}$; $D = 0{,}50\bar{c}$;
для сурьмы: $d = 0{,}18\bar{c}$; $D = 0{,}20\bar{c}$,

где $\bar{c}$ — среднее арифметическое двух сравниваемых результатов.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

ПРОГРАММА

Таблица — Расчет координаты lg ($I_{a.л}/I_{sn}$) по значениям S_{sn}, $S_{a.л+ф}$, $S_{ф}$

Адрес	Клавиша	Код	Адрес	Клавиша	Код
	F ПРГ		32	П → Xc	6[
00	С/П	50	33	FX²	22
01	X → П9	49	34	↔	14
02	B↑	OE	35	—	11
03	5	05	36	F √	21
04	5	05	37	П → Xc	6[
05	—	11	38	—	11
06	FX ≥ 0	59	39	П → Xd	6Г
07	25	25	40	+	13
08	П → X9	69	41	2	02
09	П → Xa	6—	42	+	13
10	x	12	43	F10ˣ	15
11	0	00	44	БП	51
12	.	0—	45	17	17
13	7	07	46	4	04
14	6	06	47	X → П0	40
15	+	10	48	П → X2	62
16	F10ˣ	15	49	П → X1	61
17	КХ → П0	L0	50	—	11
18	П → X0	60	51	П → X3	63
19	1	01	52	+	13
20	—	11	53	F lg	17
21	FX = 0	5E	54	1	01
22	00	00	55	0	00
23	БП	51	56	0	00
24	46	46	57	x	12
25	П → Xb	6L	58	КХ → П6	L6
26	П → X9	69	59	П → X6	66
27	—	11	60	9	09
28	П → Xd	6Г	61	—	11
29	x	12	62	/—/	0L
30	4	04	63	FX = 0	5E
31	x	12	64	00	00

Окончание таблицы

Адрес	Клавиша	Код	Адрес	Клавиша	Код
65	6	06	72	3	03
66	X → П6	46	73	+	13
67	П → X9	69	74	БП	51
68	П → X8	68	75	00	00
69	+	10		F АВТ	
70	П → X7	67		В/0	
71	+	10		С/П	

Руководство для оператора

1 Ввести программу в калькулятор.

2 В режиме АВТ ввести в регистры памяти: $6{,}5263157 \cdot 10^{-3}$ — в *a*; 5,9186042 — в *b*; — 27,685863 — в *c*; 62,573933 — в *d*; 6 — в 6; 4 — в 0.

3 Ввести значение S_{Sn1}, нажать С/П; после останова — индикация 2; ввести значение $S_{(a.л + ф)}{}^{1}$ нажать С/П; после останова — индикация 1; ввести — $S_{ф1}$; нажать С/П, после останова — индикация 2. Ввести — S_{Sn2}, нажать С/П, после останова — индикация 2; ввести — $S_{(a.л + ф)^2}$, нажать С/П, индикация 1; ввести — $S_{ф2}$, нажать С/П, индикация 1. Ввести — S_{Sn3}, нажать С/П, — индикация 2; ввести — $S_{(a.л + ф)^3}$, нажать С/П, — индикация 1; ввести — $S_{ф3}$, нажать С/П. После останова — индикация lg ($I_{a.л}/I_{Sn}$). Значение lg ($I_{a.л1}/I_{Sn1}$) находят в регистре 7 операцией П → X7; значение lg ($I_{a.л2}/I_{Sn2}$) — в регистре 8 операций П → X8; значение lg ($I_{a.л3}/I_{Sn3}$) — в регистре 9 операцией П → X9.

УДК 622.344:546:006.354 МКС 73.060.99 А39 ОКП 17 2520

Ключевые слова: концентраты свинцовые, метод анализа, висмут, германий, кобальт, мышьяк, никель, сурьма

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 23.01.2004. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,57. Тираж 65 экз. С 530. Зак. 47.

ИПК Издательство стандартов. 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://gost.e-ecolog.ru mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru