МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-МЕТОДИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ И СЕРТИФИКАЦИИ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ «ВИМС»



Научный совет по
аналитическим методам

Химические методы
Методика № 108-Х

МЕТОДИКА КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА, СЕРЕБРА, МЕДИ, ЦИНКА, ЖЕЛЕЗА, НИКЕЛЯ, СВИНЦА, КОБАЛЬТА, СУРЬМЫ, ВИСМУТА И ТЕЛЛУРА АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ В ЦИАНИДНЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РАСТВОРАХ ЗОЛОТОСОДЕРЖАЩИХ РУД

(Редакция 2010 года)

Москва, 2010

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-МЕТОДИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ И СЕРТИФИКАЦИИ МИНЕРАЛЬНОГО СЫРЬЯ
«ВИМС»



Научный совет по
аналитическим методам

Химические методы
Методика № 108-Х

МЕТОДИКА КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛОТА, СЕРЕБРА, МЕДИ, ЦИНКА, ЖЕЛЕЗА, НИКЕЛЯ, СВИНЦА, КОБАЛЬТА, СУРЬМЫ, ВИСМУТА И ТЕЛЛУРА АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ В ЦИАНИДНЫХ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РАСТВОРАХ ЗОЛОТОСОДЕРЖАЩИХ РУД

(Редакция 2010 года)

Москва, 2010

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДИКИ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа цианидных (до 0,25 % KCN или NaCN) и солянокислых технологических растворов, получающихся при переработке золотосодержащих руд, для определения в них массовой концентрации золота в диапазоне от 0,02 до 1000,00 мкг/см^3, серебра, меди, цинка – от 0,05 до 1000,00 мкг/см^3, железа, никеля и свинца – от 0,50 до 1000,00 мкг/см^3, кобальта – от 0,10 до 1000,00 мкг/см^3, сурьмы, висмута, теллура – от 2,00 до 1000,00 мкг/см^3 пламенным атомно-абсорбционным методом.

2 ХАРАКТЕРИСТИКА ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Границы суммарной погрешности результата анализа массовой концентрации золота, серебра, меди, цинка, железа и никеля в определяемых объектах приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Границы суммарной погрешности

Диапазон измерений определяемого элемента, мкг/см^3	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r, мкг/см^3	Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, мкг/см^3	Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\Delta$, мкг/см^3
1	2	3	4
Au экстр.			
От 0,02 до 0,05 вкл	0,11 С	0,22 С	0,43 С
Св. 0,05 до 0,10 вкл.	0,09 С	0,18 С	0,35 С
Св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,06 С	0,11 С	0,22 С
Св. 0,20 до 1,00 вкл.	0,03 С	0,05 С	0,10 С
Au			
От 0,50 до 1,00 вкл	0,10 С	0,19 С	0,37 С
Св. 1,00 до 2,00 вкл.	0,05 С	0,09 С	0,18 С
Св. 2,00 до 5,00 вкл.	0,02 С	0,05 С	0,09 С
Св. 5,00 до 1000,00 вкл.	0,01 С	0,03 С	0,05 С

1	2	3	4
Ag			
Св. 0,05 до 0,10 вкл.	0,10 С	0,20 С	0,39 С
Св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,09 С	0,17 С	0,33 С
Св. 0,20 до 0,50 вкл.	0,04 С	0,09 С	0,17 С
Св. 0,50 до 1,00 вкл.	0,02 С	0,04 С	0,08 С
Св. 1,00 до 1000,00 вкл.	0,01 С	0,03 С	0,05 С
Cu			
От 0,05 до 0,10 вкл.	0,10 С	0,20 С	0,39 С
Св. 0,1 до 0,2 вкл.	0,09 С	0,17 С	0,33 С
Св. 0,2 до 0,5 вкл.	0,07 С	0,13 С	0,26 С
Св. 0,5 до 1,0 вкл.	0,03 С	0,05 С	0,10 С
Св. 1,0 до 1000,0 вкл.	0,01 С	0,03 С	0,05 С
Zn			
От 0,05 до 0,10 вкл.	0,085 С	0,17 С	0,33 С
Св. 0,1 до 0,2 вкл.	0,05 С	0,09 С	0,18 С
Св. 0,2 до 0,5 вкл.	0,02 С	0,05 С	0,09 С
Св. 0,5 до 1000,0 вкл.	0,01 С	0,03 С	0,05 С
Fe, Ni, Pb			
От 0,5 до 1,0 вкл.	0,10 С	0,20 С	0,39 С
Св. 1,0 до 2,0 вкл.	0,09 С	0,17 С	0,33 С
Св. 2,0 до 5,0 вкл.	0,04 С	0,09 С	0,17 С
Св. 5,0 до 10,0 вкл.	0,02 С	0,04 С	0,08 С
Св. 10,0 до 1000,0 вкл.	0,01 С	0,03 С	0,05 С
Co			
От 0,1 до 0,2 вкл.	0,08 С	0,15 С	0,29 С
Св. 0,2 до 0,5 вкл.	0,06 С	0,12 С	0,24 С
Св. 0,5 до 1,0 вкл.	0,05 С	0,10 С	0,20 С
Св. 1,0 до 2,0 вкл.	0,04 С	0,07 С	0,14 С
Св. 2,0 до 1000,0 вкл.	0,01 С	0,03 С	0,05 С
Sb, Bi, Te			
От 2,0 до 5,0 вкл.	0,04 С	0,09 С	0,17 С
Св. 5,0 до 10,0 вкл.	0,02 С	0,04 С	0,08 С
Св. 10,0 до 1000,0 вкл.	0,01 С	0,03 С	0,05 С

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

При выполнении анализа применяют следующие средства измерений вспомогательное оборудование, материалы и реактивы.

3.1 Средства измерений

– Атомно-абсорбционный спектрометр с дейтериевой лампой или с эффектом Зеемана для коррекции фона, типа Varian AA 240 Zeeman.

– Спектральные лампы с полым катодом на золото, серебро, медь, цинк, железо, никель, свинец, кобальт, сурьму, висмут, теллур.

– Весы аналитические лабораторные, 1 класса точности по ГОСТ 24104.

– Весы аналитические лабораторные, 2 класса точности по ГОСТ 24104.

– Колбы мерные 1-100 (200, 500, 1000)-2 по ГОСТ 1770.

– Пипетки мерные 1-2-1 (2, 5, 10) по ГОСТ 29227.

– Пипетки мерные 1-2-10 (20) по ГОСТ 29169.

– Цилиндры мерные 1-5 (10, 25, 50, 100) по ГОСТ 1770.

3.2 Вспомогательное оборудование, посуда

– Газ ацетилен в баллоне, снабженном редуктором по ГОСТ 5457.

– Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой температурой нагрева по ГОСТ 14919.

– Колба коническая КН 1-250-24/29 ТХС по ГОСТ 25336.

– Стакан В-1-100 ТХС по ГОСТ 25336.

– Воронки лабораторные стеклянные В-36-80 ХС по ГОСТ 25336 или пропиленовые диаметром 100 мм.

3.3 Стандартные образцы состава

– Стандартные образцы раствора золота, серебра, меди, цинка, железа, никеля, свинца, кобальта, сурьмы, висмута и теллура (МСО, ГСО).

3.4 Реактивы и материалы

- Кислота азотная, хч, ГОСТ 4461.
- Кислота соляная, хч, ГОСТ 3118.
- Висмут 99,98%, ГОСТ 10928.
- Железо карбонильное радиотехническое, ГОСТ 13610 (железо металлическое восстановленное водородом, ГОСТ 9849).
- Золото ЗЛ 999,9, ГОСТ 6835.
- Калий марганцевокислый, чда, ГОСТ 20490.
- Кобальт металлический 99,98 %, ГОСТ 123.
- Натрия гидроксид, чда, ГОСТ 8464.
- Медь металлическая 99,9 %, ГОСТ 546.
- Натрий (калий) цианистый, содержащий основного вещества не менее 98 %.
- Никель металлический 99,9 % и 99,95 %, ГОСТ 849.
- Свинец металлический, ГОСТ 3778, или свинец высокой чистоты, ГОСТ 22861.
- Серебро металлическое 99,9 %, ГОСТ 6836.
- Сурьма, ГОСТ 1089.
- Теллур, ГОСТ 17614.
- Цинк металлический 99,99 %; 99,95 , ГОСТ 3640, %;
- Изоамиловый спирт, ч, ТУ 6-09-14-1907.
- Вода дистиллированная, ГОСТ 6709.
- Фильтры обеззоленные «синяя», «красная», «белая лента», диаметр 12,5 мм, ТУ 6-09-1678.

Допускается использование других типов средств измерений, посуды, вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем приведенные в п. 3.1, 3.2. Все используемые реактивы п. 3.4. должны иметь аналитический класс чистоты (чда или хч). Вода

дистиллированная должна использоваться на протяжении всей процедуры анализа.

4 МЕТОД АНАЛИЗА

Метод пламенного атомно-абсорбционного определения золота, серебра, меди, цинка, железа, никеля, свинца, кобальта, сурьмы, висмута, теллура в цианидных и солянокислых технологических растворах, получающихся при переработке золотосодержащих руд, основан на измерении величины атомного поглощения резонансного излучения нейтральными атомами элементов, образующимися в процессе атомизации раствора пробы.

Величину абсорбции элементов измеряют на атомно-абсорбционном спектрофотометре в пламени ацетилен-воздух по наиболее чувствительным резонансным линиям. В таблице 2 представлены длины волн аналитических спектральных линий для определяемых элементов. Источником резонансного излучения служат лампы с полым катодом на определяемый элемент. Интенсивность излучения атомов элемента сравнивают с интенсивностью излучения серии градуировочных растворов элементов известной концентрации.

В современных приборах расчет массовой концентрации элементов в растворах осуществляется автоматически, используя градуировочные растворы с известной концентрацией элементов. Программа выдает массовую концентрацию элемента в пробе в мг/дм^3 или мкг/см^3.

Данная методика позволяет измерять массовую концентрацию всех определяемых элементов в анализируемом диапазоне непосредственно из цианидных и солянокислых растворов.

Таблица 2 – Длины волн аналитических линий

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм
Au	242,80	Pb	240,7
Ag	328,07	Co	283,3
Cu	324,75 217,85*	Sb	217,6
Zn	213,86	Bi	223,1
Fe	248,33	Te	214,3
Ni	232,00		

Примечание:

При содержании меди выше 1,0 мкг/см^3 для ее определения используют менее интенсивную резонансную линию 217,89 нм.

Допускается использовать другие аналитические линии элементов, рекомендуемые в инструкции к прибору, удовлетворяющие характеристикам погрешности измерений указанным в таблице 1.

При определении низких концентраций золота от 0,02 до 1,00 мкг/см^3 в цианидных растворах его предварительно отделяют от мешающих элементов с одновременным концентрировыанием экстракцией золота изоамиловым спирта из раствора 2 – 3 N по соляной кислоте, при соотношении водной и органической фаз 10:1.

Для разрушения цианидного комплекса золота и переведения его из одновалентного в трехвалентное состояние в раствор перед экстракцией при нагревании прибавляют перманганат калия или раствор обрабатывают смесью соляной и азотной кислот (3:1).

В связи с большими разбросами химического и минералогического состава золотосодержащих руд технологические растворы, полученные при цианидном извлечении элементов из этих руд может также различаться по составу, т.е. концентрации в них цианида натрия (калия) и гидроксида натрия (калия) может колебаться соответственно от 0,03 до 0,25 % и от 0,03 до 0,5 %.

В связи с этим градуировочные растворы элементов, используемые для их определения должны быть близкими по составу и концентрации элементов к анализируемым растворам.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении анализа массовой доли определяемых элементов следует соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.021, требования электро-безопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГН 2.2.5.1313-03.

Примечание:

Цианид натрия высокотоксичен. Его растворы должны храниться в щелочной среде для предотвращения образования газа цианистого водорода.

Набор антидотов при работе с цианидом натрия должен быть всегда наготове.

Цианид натрия должен храниться в безопасном месте с ограниченным поименным доступом персонала.

Недопустимо сливать цианидные отходы в бутыль водных отходов, так как это может привести к образованию цианистого водорода. Оставшийся раствор необходимо обработать перманганатом калия или раствором гипохлорита натрия, чтобы уничтожить цианид до сброса.

Органические отходы не должны сливаться в сборник водных отходов, так как это может привести к взрыву.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению анализа и обработке их результатов допускают лиц, имеющих высшее или среднее техническое образование, опыт работы в химической лаборатории. Специалист должен пройти соответствующий инструктаж, освоить метод.

Перед выполнением анализа оператор проводит оперативный контроль процедуры анализа в соответствии с ОСТ 41-08-214-04.

7 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

При подготовке к выполнению анализа и при их проведении необходимо соблюдать следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С	20±5;
атмосферное давление, кПа (мм. рт. ст.)	101±4 (760±30);
относительная влажность воздуха, %	65±15;
напряжение в сети, В	220±22;
частота переменного тока, Гц	50±1.

8 ОТБОР, ПОДГОТОВКА И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб технологических растворов, получающихся при переработке золотосодержащих руд, осуществляется по действующим у заказчика нормативным документам.

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ АНАЛИЗА

При подготовке к выполнению анализа проводят следующие работы:

9.1 Подготовка прибора к работе

Подготовка атомно-абсорбционного спектрофотометра к работе и оптимизацию условий анализа производят в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации прибора. Прибор должен быть поверен.

9.2 Приготовление вспомогательных растворов

9.2.1 Раствор азотной кислоты, разбавленной (1:1)

К объему дистиллированной воды прибавляют равный объем азотной кислоты, перемешивают. Срок хранения один год.

9.2.2 Раствор соляной кислоты, разбавленной (1:1)

К объему дистиллированной воды прибавляют равный объем соляной кислоты, перемешивают. Срок хранения один год.

9.2.3 Раствор соляной кислоты, разбавленной (1:3)

К трем объемам дистиллированной воды прибавляют один объем соляной кислоты, перемешивают. Срок хранения один год.

9.2.4 Раствор соляной кислоты, разбавленной (1:4)

К четырем объемам дистиллированной воды прибавляют один объем соляной кислоты, перемешивают. Срок хранения один год.

9.2.5 Раствор соляной кислоты, разбавленной (1:9)

К девяти объемам дистиллированной воды прибавляют один объем соляной кислоты, перемешивают. Срок хранения один год.

9.2.6 Свежеприготовленная смесь соляной и азотной кислоты (3:1) («царская водка»)

К трем объемам соляной кислоты приливают один объем азотной кислоты, перемешивают. Используют свежеприготовленный раствор.

9.2.7 Гидроксид натрия, 10 %-ный раствор

Навеску гидроксида натрия массой 10 г растворяют в дистиллированной воде, доводят до 100 $см^3$ той же водой, перемешивают. Срок хранения в полиэтиленовом сосуде 2-3 месяца. Раствор должен быть прозрачным.

9.2.8 Приготовление фоновых растворов

9.2.8.1 Приготовление фонового раствора 1

Навеску гидроксида натрия массой 0,3 г переносят в мерную колбу на 1 000 $см^3$, добавляют 200-300 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают до полного растворения гидроксида натрия. Количество цианида натрия рассчитывают, исходя из степени его чистоты. При наличии цианида натрия с содержанием основного вещества не менее 98 %, добавляют в колбу 1,02 г цианида натрия, перемешивают до полного растворения соли. Раствор в колбе доводят до метки водой. Используют свежеприготовленный раствор. Раствор содержит 0,1 % цианида натрия и 0,03 % гидроксида натрия.

9.2.8.2 Приготовление фонового раствора 2

Навеску едкого натрия массой 4 г переносят в мерную колбу на 1000 $см^3$, добавляют 200 – 300 $см^3$ дистиллированной воды, перемешивают до полного его растворения, прибавляют в колбу цианид натрия массой 0,4 г, растворяют в воде, доливают водой до метки и перемешивают. Используют свежеприготовленный раствор. Раствор содержит 0,04 % цианида натрия и 0,4 % гидроксида натрия.

9.3 Для построения градуировочных характеристик желательно использовать готовые ГСО состава раствора золота, серебра, меди, цинка, железа, никеля, свинца, кобальта, сурьмы, висмута и теллура.

9.4 Приготовление градуировочных растворов определяемых элементов

9.4.1 Приготовление градуировочного раствора золота

Навеску золота массой 0,1000 г растворяют при нагревании в 20 $см^3$ свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислоты (3:1), переносят в мерную колбу на 500 $см^3$, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:1, и перемешивают. В 1 $см^3$ раствора содержится 200 мкг золота. Хранят раствор в темной склянке или в темном месте в течение шести месяцев.

9.4.2 Приготовление градуировочного раствора серебра

Навеску серебра массой 0,1000 г растворяют при нагревании в 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 20 $см^3$ дистиллированной воды и 80-100 $см^3$ концентрированной соляной кислоты (до полного растворения образующегося хлорида серебра). Раствор переносят в мерную колбу на 500 $см^3$, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:1, и перемешивают. В 1 $см^3$ раствора содержится 200 мкг серебра. Хранят раствор в темной склянке или в темном месте в течение шести месяцев.

9.4.3 Приготовление градуировочного раствора меди

Навеску меди массой 0,1000 г растворяют при нагревании в 20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Удаляют азотную кислоту двукратной обработкой остатка соляной кислотой, разбавленной 1:1. Остаток растворяют в 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу на 500 $см^3$, доливают соляной кислотой, разбавленной 1:9, перемешивают. В 1 $см^3$ раствора содержится 200 мкг меди. Срок хранения шесть месяцев.

9.4.4 Приготовление градуировочного раствора цинка

Навеску цинка массой 0,1000 г растворяют при нагревании в 20 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу на 1 000 $см^3$, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной (1:9), и перемешивают. В 1 $см^3$ раствора содержится 100 мкг цинка. Срок хранения три месяца.

9.4.5 Приготовление градуировочного раствора железа

Навеску железа массой 0,5000 г растворяют при нагревании в 20 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу на 500 $см^3$, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной (1:9), и перемешивают. В 1 $см^3$ раствора содержится 1 000 мкг железа. Срок хранения шесть месяцев.

9.4.6 Приготовление градуировочного раствора никеля

Навеску никеля массой 0,5000 г растворяют при нагревании в 20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Удаляют азотную кислоту двукратной обработкой остатка соляной кислотой, разбавленной 1:1. Остаток растворяют в 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, раствор переносят в мерную колбу на 500 $см^3$, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной (1:9), перемешивают. В 1 $см^3$ раствора содержится 1 000 мкг никеля. Срок хранения шесть месяцев.

9.4.7 Приготовление градуировочного раствора свинца

Навеску свинца массой 0,2000 г растворяют при нагревании в 10 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:1), раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки раствором соляной кислоты, разбавленной (1:4) и перемешивают. В 1 $см^3$ раствора содержится 2 000 мкг свинца. Хранят раствор в колбе с притертой пробкой три месяца.

9.4.8 Приготовление градуировочного раствора кобальта

Навеску кобальта массой 0,2000 г растворяют при нагревании в 25 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот (3:1). После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки раствором соляной кислоты, разбавленной (1:4) и перемешивают. В 1 $см^3$ раствора содержится 200 мкг кобальта. Хранят раствор в колбе с притертой пробкой три месяца.

9.4.9 Приготовление градуировочного раствора висмута

Навеску висмута массой 0,2000 г растворяют при нагревании в 25 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот (3:1). После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки раствором соляной кислоты, разбавленной (1:4) и перемешивают. В 1 $см^3$ раствора содержится 200 мкг висмута. Хранят раствор в колбе с притертой пробкой три месяца.

9.4.10 Приготовление градуировочного раствора сурьмы

Навеску сурьмы массой 0,2000 г растворяют при нагревании в 25 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот (3:1). После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки раствором соляной кислоты, разбавленной (1:4) и перемешивают. В 1 $см^3$ раствора содержится 200 мкг сурьмы. Хранят раствор в колбе с притертой пробкой три месяца.

9.4.11 Приготовление градуировочного растворов теллура

Навеску теллура массой 0,2000 г растворяют при нагревании в 25 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот (3:1). После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки раствором соляной кислоты, разбавленной (1:4) и перемешивают. В 1 $см^3$ раствора содержится 200 мкг теллура. Хранят раствор в колбе с притертой пробкой три месяца.

9.5 Построение градуировочных характеристик определяемых элементов

9.5.1 Построение градуировочного графика для определения золота при концентрации от 1 до 20 мкг в 1 $см^3$

В мерные колбы на 200 $см^3$ помещают 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 $см^3$ градуировочного раствора золота, содержащего 200 мкг золота в 1 $см^3$, доливают до метки фоновым раствором и перемешивают. Полученные растворы содержат 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 мкг золота в 1 $см^3$. Готовят растворы в день применения.

9.5.2 Построение градуировочного графика для определения золота при концентрации меньше 1 мкг в 1 $см^3$

В мерные колбы на 100 $см^3$ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 $см^3$ градуировочного раствора золота, содержащего 10 мкг в 1 $см^3$, и доливают до метки соляной кислотой 1:3. Приготовленные растворы, содержащие 0,05; 0,1; 0,2; 0,5 и 1,0 мкг золота в 1 $см^3$, переносят в конические колбы с притертыми пробками емкостью 250 $см^3$. В каждую колбу приливают 10 $см^3$ изоамилового спирта, энергично встряхивают в течение одной минуты и снова переносят в те же мерные колбы на 100 $см^3$. После расслоения фаз верхний органический слой отсасывают пипеткой. Так как изоамиловый спирт частично растворяется в водной фазе (приблизительно 3 $см^3$ в 100 $см^3$ солянокислого раствора), то получается около 7 $см^3$ каждого стандартного раствора. Поскольку при экстрагировании золота из анализируемых растворов потери изоамилового спирта аналогичны, то условно считают, что полученные растворы содержат 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 мкг золота в 1 $см^3$. Градуировочные растворы пригодны для работы в течение 2 – 3 дней. Растворы следует хранить в бюксах или в закрытых стаканчиках.

9.5.3 Построение градуировочного графика для определения серебра

В мерные колбы на 200 $см^3$ помещают 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 и 4,0 $см^3$ раствора серебра, содержащего 200 мкг серебра в 1 $см^3$, доливают до метки фоновым раствором. Полученные растворы содержат 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 и 4,0 мкг серебра в 1 $см^3$.

9.5.4 Построение градуировочного графика для определения меди

В мерные колбы на 200 $см^3$ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 10,0 и 20,0 $см^3$ градуировочного раствора меди, содержащего 200 мкг меди в 1 $см^3$, доливают до метки фоновым раствором. Полученные растворы содержат 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 10,0 и 20,0 мкг меди в 1 $см^3$.

9.5.5 Построение градуировочного графика для определения цинка

В мерные колбы на 200 $см^3$ помещают 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 и 4,0 $см^3$ градуировочного раствора цинка, содержащего 100 мкг цинка в 1 $см^3$, доливают до метки фоновым раствором. Полученные растворы содержат 0,10; 0,25; 0,5; 1,0; и 2,0 мкг цинка в 1 $см^3$.

9.5.6 Построение градуировочного графика для определения железа

В мерные колбы на 200 $см^3$ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 $см^3$ градуировочного раствора железа, содержащего 1000 мкг железа в 1 $см^3$, доливают до метки фоновым раствором. Полученные растворы содержат 2,5; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0 и 40,0 мкг железа в 1 $см^3$.

9.5.7 Построение градуировочного графика для определения никеля

В мерные колбы на 200 $см^3$ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 $см^3$ градуировочного раствора никеля, содержащего 1000 мкг никеля в 1 $см^3$, доливают до метки фоновым раствором. Полученные растворы содержат 2,5; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0 и 40,0 мкг никеля в 1 $см^3$.

9.5.8 Построение градуировочного графика для определения свинца

В мерные колбы на 200 $см^3$ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 $см^3$ градуировочного раствора свинца, содержащего 200 мкг никеля в 1 $см^3$, доливают до метки фоновым раствором и перемешивают. Полученные растворы содержат 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 мкг свинца в 1 $см^3$.

9.5.9 Построение градуировочного графика для определения кобальта

В мерные колбы на 200 $см^3$ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 $см^3$ градуировочного раствора кобальта, содержащего 200 мкг никеля в 1 $см^3$, доливают до метки фоновым раствором и перемешивают. Полученные растворы содержат 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 мкг кобальта в 1 $см^3$.

9.5.10 Построение градуировочного графика для определения висмута

В мерные колбы на 200 $см^3$ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 $см^3$ градуировочного раствора висмута, содержащего 200 мкг никеля в 1 $см^3$, доливают до метки фоновым раствором и перемешивают. Полученные растворы содержат 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 мкг висмута в 1 $см^3$.

9.5.11 Построение градуировочного графика для определения сурьмы

В мерные колбы на 200 $см^3$ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 $см^3$ градуировочного раствора сурьмы, содержащего 200 мкг никеля в 1 $см^3$, доливают до метки фоновым раствором и перемешивают. Полученные растворы содержат 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 мкг сурьмы в 1 $см^3$.

9.5.12 Построение градуировочного графика для определения теллура

В мерные колбы на 200 $см^3$ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 $см^3$ градуировочного раствора теллура, содержащего 200 мкг никеля в 1 $см^3$, доливают до метки фоновым раствором и перемешивают. Полученные растворы содержат 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 мкг теллура в 1 $см^3$.

Градуировочные растворы элементов помещают в стакан на 50 $см^3$, подносят к распылителю, распыляют в течение 20 сек в пламя и записывают полученное значение абсорбции. Каждый раствор измеряют дважды, результаты параллельных измерений усредняют.

Градуировочные графики для определения всех элементов строят, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию элемента в градуировочном растворе (мкг/$см^3$), по оси ординат соответственно величину атомной абсорбции.

9.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят одновременно с измерением анализируемых растворов. Средствами контроля являются приготовленные растворы для градуировки (не менее трех растворов, отвечающих по концентрации рения приблизительно началу, середине и концу градуировочного графика).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для градуировки каждого раствора следующего условия:

$$|C - C_o| \le 0{,}33\Delta,$$

где C - результат контрольного измерения массовой концентрации определяемого элемента в растворе для градуировки;

C_o - значение массовой концентрации определяемого элемента в растворе для градуировки;

Δ - значение характеристики погрешности, соответствующее массовой концентрации определяемого элемента в растворе для градуировки (C_o). Значения Δ приведены в таблице 1.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо

приготовить и выполнить повторное его измерение с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика не стабильна, выясняют причины. После устранения несоответствий готовят новые градуировочные растворы, по которым строят новые градуировочные характеристики.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

При выполнении анализа в условиях повторяемости необходимо выполнять два параллельных измерения.

При выполнении анализа содержания золота, серебра, меди, цинка, железа, никеля свинца, висмута, сурьмы и теллура в цианидных и солянокислых технологических растворах атомно-абсорбционным методом выполняют следующие операции.

10.1 Подготовка пробы к анализу

Проба технологического раствора, поступающая на анализ, может быть мутной или содержать механические включения. В этом случае проводят фильтрацию проб. Если концентрация определяемых элементов в пробе выше, чем в самом концентрированном градуировочном растворе, то пробу разбавляют фоновым раствором.

10.2 Анализ растворов (без концентрирования)

Анализируемый и градуировочные растворы элементов помещают в стаканчики на 50 $см^3$, подносят к распылителю, распыляют в течение 20 секунд и записывают полученное значение абсорбции. Каждый анализируемый и каждый градуировочный раствор измеряют дважды, результаты параллельных измерений усредняют. При анализе больших

партий проб градуировочные растворы измеряют через каждые 10 измерений анализируемого раствора. Для промывания системы после измерения каждого раствора в течение 5 сек распыляют дистиллированную воду.

Концентрацию определяемых элементов находят по градуировочным характеристикам.

10.3 Анализ растворов с низким содержанием золота (меньше 1,0 мкг/см^3) с концентрированием

10.3.1 При содержании золота в 1 см^3 цианидного раствора 0,02 – 0,2 мкг в широкогорлую коническую колбу емкостью 250 см^3 помещают 100 см^3 анализируемого раствора (метка на стенке сосуда), добавляют 1 г марганцевокислого калия, 40 см^3 соляной кислоты и кипятят раствор под тягой в течение 10 мин., чтобы разрушить цианидный комплекс золота и перевести его в трехвалентное состояние. Раствор упаривают приблизительно до объема 100 см^3, охлаждают до комнатной температуры, добавляют 10 см^3 изоамилового спирта, энергично встряхивают в течение 1 мин. И переносят в мерную колбу на 100 см^3. После расслоения фаз верхний органический слой распыляют и измеряют. Перед распылением органических экстрактов распыляют чистый изоамиловый спирт в течение 1 мин. для стабилизации горения пламени.

10.3.2 При содержании золота в 1 см^3 раствора 0,2-1 мкг золота в широкогорлую коническую колбу емкостью 250 см^3 помещают 50 см^3 анализируемого раствора, добавляют 0,5 г марганцевокислого калия, 20 см^3 соляной кислоты, кипятят раствор под тягой в течение 10 мин., доливают до 100 см^3 (по метке) соляной кислотой (1:3) и далее, как описано выше.

10.3.3 При содержании в 1 $см^3$ раствора содержится 1-5 мкг золота в широкогорлую коническую колбу емкостью 250 $см^3$ помещают 10 $см^3$ анализируемого раствора, доливают дистиллированной водой до 50 $см^3$ и продолжают как при содержании золота 0,2-1 мкг/$см^3$.

Можно разрушить цианидный комплексон золота и перевести золото в трехвалентное состояние раствора, обработанный под тягой смесью соляной и азотной кислот 3:1.

Для этого в коническую колбу на 250 $см^3$ помещают 100 $см^3$ анализируемого цианидного раствора, упаривают до влажных солей, прибавляют 20 $см^3$ смеси азотной и соляной кислот (3:1), кипятят под тягой, упаривают до влажных солей, прибавляют 100 $см^3$ соляной кислоты 1:3, нагревают до растворения осадка и далее проводят анализ таким же образом, что и при обработке анализируемых растворов перманганатом калия.

После измерения каждого органического экстракта распыляют чистый изоамиловый спирт в течение 5 сек. По окончании работы с органическими растворами промывают систему подачи аэразоля, распыляя горячую дистиллированную воду не менее трех минут.

Для построения градуировочной характеристики измеряют градуировочные растворы (спиртовые экстракты).

11 ОБРАБОТКА (ВЫЧИСЛЕНИЕ) РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Обработка результатов анализа проводится автоматически программой прибора, в результате чего выдается концентрация элементов в растворе в мг/дм^3:

11.1 Содержание определяемых элементов в пробе вычисляют по формуле:

$$X\ (мкг/см^3) = C \cdot K,$$

где C – массовая концентрация элемента в анализируемом растворе или по градуировочному графику, мкг/см^3;

K – коэффициент разведения (если оно проводилось).

11.2 За результат анализа содержания элементов в пробе принимают среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости. Значения предела повторяемости (r) для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 3.

11.3 Расхождения между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости $R = 2{,}8\sigma_R$. Если абсолютное расхождение между результатами двух измерений не превышает R, эти результаты анализа считают согласующимися, и в качестве окончательного результата может использоваться их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости указаны в таблице 3. Если предел воспроизводимости R превышен, выясняют причины этого превышения (ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 5.3).

Таблица 3 – Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений определяемого элемента, мкг/см^3	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), r, мкг/см^3	Предел воспроизводимости (для двух результатов анализа), R, мкг/см^3
1	2	3
Au экстр.		
От 0,02 до 0,05 вкл	0,30 С	0,61 С
Св. 0,05 до 0,10 вкл.	0,25 С	0,50 С
Св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,15 С	0,30 С
Св. 0,20 до 1,00 вкл.	0,07 С	0,14 С
Au		
От 0,50 до 1,00 вкл	0,26 С	0,53 С
Св. 1,00 до 2,00 вкл.	0,12 С	0,25 С
Св. 2,00 до 5,00 вкл.	0,07 С	0,13 С
Св. 5,00 до 1000,00 вкл.	0,04 С	0,07 С
Ag		
Св. 0,05 до 0,10 вкл.	0,28 С	0,55 С
Св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,24 С	0,47 С
Св. 0,20 до 0,50 вкл.	0,12 С	0,24 С
Св. 0,50 до 1,00 вкл.	0,06 С	0,11 С
Св. 1,00 до 1000,00 вкл.	0,04 С	0,07 С
Cu		
От 0,05 до 0,10 вкл.	0,28 С	0,55 С
Св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,24 С	0,47 С
Св. 0,20 до 0,50 вкл.	0,18 С	0,36 С
Св. 0,50 до 1,00 вкл.	0,07 С	0,14 С
Св. 1,00 до 1000,00 вкл.	0,04 С	0,07 С
Zn		
От 0,05 до 0,10 вкл.	0,24 С	0,47 С
Св. 0,10 до 0,20 вкл.	0,12 С	0,25 С
Св. 0,20 до 0,50 вкл.	0,07 С	0,13 С
Св. 0,50 до 1000,00 вкл.	0,04 С	0,07 С
Fe, Ni, Pb		
От 0,50 до 1,00 вкл.	0,28 С	0,55 С
Св. 1,00 до 2,00 вкл.	0,24 С	0,47 С
Св. 2,00 до 5,00 вкл.	0,12 С	0,24 С
Св. 5,00 до 10,00 вкл.	0,06 С	0,11 С
Св. 10,00 до 1000,00 вкл.	0,04 С	0,07 С

1	2	3
Co		
От 0,10 до 0,20 вкл.	0,21 С	0,42 С
Св. 0,20 до 0,50 вкл.	0,17 С	0,33 С
Св. 0,50 до 1,00 вкл.	0,14 С	0,28 С
Св. 1,00 до 2,00 вкл.	0,10 С	0,19 С
Св. 2,00 до 1000,00 вкл.	0,04 С	0,07 С
Sb, Bi, Te		
От 2,00 до 5,00 вкл.	0,12 С	0,24 С
Св. 5,00 до 10,00 вкл.	0,06 С	0,11 С
Св. 10,00 до 1000,00 вкл.	0,04 С	0,07 С

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$x \text{ и } \Delta,\ P = 0{,}95,$$

где x – результат анализа элемента, выраженный (мкг/см^3),

Δ – показатель точности применяемой методики количественного химического анализа.

Значения Δ приведены в таблице 1. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение характеристики погрешности.

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

Оперативный контроль исполнителем процедуры анализа в соответствии с ОСТ 41-08-214-04.

Приемочный контроль партии рабочих проб выполняется в соответствии с ОСТ 41-08-214-04.

Для обеспечения достоверности анализа должен выполняться внутрилабораторный контроль правильности в соответствии с ОСТ 41- 08-265-04 стандартных образцов.

Для контроля систематических расхождений должен выполняться внешний лабораторный контроль по ОСТ 41-08-265-04.

gost.e-ecolog.ru