ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ГОСТ Р 54921— 2012**

# КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

## Метод атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой.

## Определение меди, свинца, кадмия, железа, алюминия, кобальта, сурьмы, марганца, мышьяка и индия

**Издание официальное**

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Государственный научно-исследовательский институт цветных металлов» (ФГУП «Институт «ГИНЦВЕТМЕТ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 373 «Цветные металлы и сплавы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства Российской Федерации по техническому регулированию и метрологии от 27 июня 2012 № 126-СТ

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). 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 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.ru)*

© Стандартинформ, 2014

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

## Метод атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой. Определение меди, свинца, кадмия, железа, алюминия, кобальта, сурьмы, марганца, мышьяка и индия

Zink concentrates. Atomic emission spectroscopy with inductively coupled plasma. Determination of copper, lead, cadmium, iron, aluminum, cobalt, antimony, manganese, arsenic and indium

**Дата введения — 2014—07—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает определение массовых долей меди, свинца, кадмия, железа, алюминия, кобальта, сурьмы, марганца, мышьяка и индия в цинковых концентратах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой.

Метод основан на возбуждении атомов пробы в индуктивно связанной плазме и измерении интенсивности аналитической спектральной линии определяемых элементов при распылении раствора анализируемой пробы в индуктивно связанную плазму. Массовые концентрации элементов в анализируемом растворе устанавливают с помощью градуировочного графика.

Метод позволяет определять элементы в диапазонах массовых долей и длин волн аналитических линий элементов, приведенных в таблице 1.

Для определения массовых долей индия необходимо предварительно концентрировать индий на гидроксиде железа.

Таблица 1 – Массовые доли элементов и длины волн аналитических линий элементов

| Определяемый элемент | Диапазон массовых долей, % | Длина волны, нм |
|---|---|---|
| Медь | 0,10 – 5,00 | 324,754 |
| Свинец | 0,10 – 5,00 | 283,306 |
| Кадмий | 0,10 – 5,00 | 227,502 |
| Железо | 3,0 – 20,0 | 259,940 |
| Алюминий | 0,2 – 5,0 | 308,215 |
| Кобальт | 0,005 – 0,1 | 228,616 |
| Сурьма | 0,005 – 0,5 | 231,147 |
| Марганец | 0,1 – 2,0 | 260,568 |
| Мышьяк | 0,03 – 0,70 | 234,984 |
| Индий | 0,0005 – 0,10 | 230,606 |

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-1–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-2–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

Издание официальное

ГОСТ Р ИСО 5725-3–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-4–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

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

ГОСТ Р 50571.3–2009 Электроустановки низковольтные. Часть 4. 4.1. Требования для обеспечения безопасности. Защита от поражения электрическим током.

ГОСТ Р 53198–2008 Руды и концентраты цветных металлов. Общие требования к методам анализа

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.016–79 Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ

ГОСТ 12.1.030–81 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.002–75 Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.019–80 Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

ГОСТ 123–2008 Кобальт. Технические условия

ГОСТ 859–2001 Медь. Марки

ГОСТ 1089–82 Сурьма. Технические условия

ГОСТ 1467–93 Кадмий. Технические условия

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 1973–77 Ангидрид мышьяковистый. Технические условия

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3773–72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 3778–98 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4109–79 Реактивы. Бром. Технические условия

ГОСТ 4166–76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212–76 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4233–77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4518–75 Реактивы. Аммоний фтористый. Технические условия

ГОСТ 6008–90 Марганец металлический и марганец азотированный. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7851–74 Посуда стеклянная химико-лабораторная. Горловины. Внутренние диаметры

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9546–75 Реактивы. Аммоний фтористый кислый. Технические условия

ГОСТ 10157–79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10297–94 Индий. Технические условия.

ГОСТ 11069–2001 Алюминий первичный. Марки.

ГОСТ 13610–79 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия.

ГОСТ 14919–83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электро-шкафы бытовые. Общие технические условия.

ГОСТ 25086–87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

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

и размеры

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

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

ГОСТ 29228–91 (ИСО 835-2–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания.

ГОСТ 29229–91 (ИСО 835-3–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 3. Пипетки градуированные с временем ожидания.

ГОСТ 29251–91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 29252–91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания.

ГОСТ 29253–91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 3. Бюретки с временем ожидания.

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, обозначения и определения

В настоящем стандарте применены термины, обозначения и определения по ГОСТ Р ИСО 5725-1 – ГОСТ Р ИСО 5725-4 и ГОСТ Р ИСО 5725-6, ГОСТ Р 53198.

## 4Общие требования

4.1. К проведению анализов допускаются лица, прошедшие обучение, практическую подготовку и имеющие требуемую квалификацию.

Массовые доли элементов устанавливают по результатам двух параллельных измерений.

При определении массовых долей элементов методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой длину волны, мощность плазмы, расход аргона, высоту регистрируемой зоны плазмы и другие условия измерений выбирают так, чтобы достигнуть оптимальных результатов чувствительности и точности определения элемента.

При выполнении анализа проб проводят контрольный опыт для внесения поправки в результаты анализа.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов, кроме указанных в соответствующих методиках, при условии получения метрологических характеристик, не уступающих приведенным в настоящем стандарте.

При проведении анализа применяют стеклянную посуду лабораторную мерную, которая должна соответствовать ГОСТ 25336, ГОСТ 29227, ГОСТ 29228 и ГОСТ 29229.

Для приготовления основных растворов и аттестованных смесей применяют металлы с содержанием основного вещества не менее 99,9 %, соединения элементов, квалификации не ниже х.ч. или в соответствии с требованиями методики проведения анализа.

4.1.1. Характеристики погрешности $\delta_0$ приготовления аттестованных смесей рассчитывают по формуле:

$$\delta_0 = \sqrt{\sum\left(\left(\Delta M_i / M_i\right)^2 + \sum\left(\Delta m_i / m_i\right)^2 + \sum\left(\Delta V_i / V_i\right)^2\right)}, \qquad (1)$$

где $M_i$– массовая доля основного вещества (реактива), %;

$\Delta M_i$ – характеристика погрешности определения массовой доли основного вещества, %;

$m_i$ – навеска реактива, г;

$\Delta m_i$ – характеристика погрешности аналитических весов, г;

$V_i$ – номинальная вместимость используемой мерной посуды, $см^3$;

$\Delta V_i$ – характеристика погрешности дозирования объема, $см^3$

Аттестованная смесь по метрологическому назначению выполняет функции стандартного образца (СО) состава вещества.

Основные растворы и градуировочные образцы (аттестованные смеси) необходимо хранить при комнатной температуре в плотно закрытых полиэтиленовых банках или в колбах с пришлифованными пробками. На емкости с основными растворами и градуировочными образцами должны быть приклеены этикетки, на которых указывают наименование, аттестованное значение, дату приготовления и срок годности согласно ГОСТ 4212. Сроки хранения растворов должны быть указаны в методике.

4.1.2 Требования к проведению анализа

Требования к методам анализа – по ГОСТ 27329 и ГОСТ 25086.

Используемые реактивы должны иметь квалификацию не ниже ч.д.а.

Допускается применение других методик, средств измерений при условии получения метрологических характеристик, не уступающих приведенным в таблице 3.

4.2 Градуировочную характеристику получают с использованием градуировочных образцов. В качестве градуировочных образцов могут быть применены стандартные образцы или аттестованные смеси.

Градуировочный график строят в системе прямоугольных координат: по оси абсцисс откладывают числовые значения массы элемента или массовой концентрации, а по оси ординат – значения аналитического сигнала.

Для построения градуировочного графика требуется не менее пяти градуировочных образцов, охватывающих весь диапазон определяемых массовых долей элементов. Для каждого из них вычисляют значение аналитического сигнала, как среднеарифметическое трех результатов параллельных определений.

4.2.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику признают стабильной при выполнении следующего условия:

$$|X - C| \le K_{гр}, \qquad (2)$$

где $X$ – воспроизведенное по градуировочной характеристике аттестованное значение массы элемента или массовой концентрации определяемого элемента в градуировочном образце;

$C$ – аттестованное значение массы элемента или массовой концентрации определяемого элемента в градуировочном образце;

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

Контроль стабильности градуировочной характеристики осуществляют с использованием градуировочных образцов с массовой концентрацией определяемого элемента вблизи нижней и верхней границ и середины градуировочного графика.

При невыполнении условия формулы (2) хотя бы для одного из градуировочных образцов, измерения повторяют. При повторном невыполнении условия строят новую градуировочную характеристику.

Периодичность контроля стабильности градуировочной характеристики определяют индивидуально для каждого метода анализа в зависимости от частоты анализа рабочих проб в лаборатории, а также при смене партий реактивов и аппаратуры.

4.3 Приемлемость результатов параллельных определений проверяют в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 и путем сопоставления абсолютного расхождения между наибольшим и наименьшим результатами единичного определения с пределом повторяемости r:

$$r = Q(P, n)\, S_r, \qquad (3)$$

где $Q(P, n)$ – коэффициент, зависящий от числа $n$ параллельных определений, полученных в условиях повторяемости и доверительной вероятности $P = 0{,}95$. Значения этого коэффициента приведены в таблице 2.

Таблица 2 − Значения коэффициента Q *(P, n)*

| n | 2 | 3 | 4 | 5 |
|---|---|---|---|---|
| Q (*P*, n) | 2,77 | 3,31 | 3,63 | 3,86 |

Если абсолютное расхождение не превышает *r,* то результаты параллельных определений признают приемлемыми и за окончательный результат измерений (анализа) принимают среднеарифметическое значение этих результатов.

Если абсолютное расхождение превышает *r*, то используют методы проверки приемлемости результатов измерений (анализа) в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725−6.

При проверке повторяемости результатов параллельных определений (n = 3) абсолютное значение разности $X_{max}$ и $X_{min}$ не должно превышать значения предела повторяемости *r,* то есть с доверительной вероятностью *P* = 0,95 должно выполняться условие

$$|X_{max} - X_{min}| \le r. \qquad (4)$$

где $r = 3{,}31\ S_r$

При невыполнении условия (4) процедуру проверки совместимости результатов измерений (анализа) повторяют. При повторном невыполнении условия (4) выясняют и устраняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

Контроль повторяемости параллельных определений осуществляют при смене реактивов и замене аппаратуры, но не реже одного раза в месяц.

4.4 Проверка совместимости результатов измерений (анализа) в условиях воспроизводимости.

При проверке результатов измерений (анализа) в условиях воспроизводимости разность результатов одной и той же пробы, полученная разными операторами в разное время, в двух лабораториях, не должна превышать предел воспроизводимости:

$$R = 2{,}77 S_R. \qquad (5)$$

При невыполнении условия измерения прекращают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

4.5 Контроль правильности

Контроль правильности результатов измерений (анализа) осуществляют путем анализа контрольных образцов. В качестве контрольных образцов могут быть использованы образцы, не применяемые для градуировки. Абсолютное значение разности результатов измерений (анализа) контрольного образца *X* и аттестованного значения $C_{am}$ не должно превышать норматива контроля *K,* т.е с доверительной вероятностью *P* = 0,95 должно выполняться условие:

$$|X - C_{am}| \le K. \qquad (6)$$

При невыполнении условия (6) измерения (анализ) повторяют. При повторном несоответствии полученных результатов этому соотношению выполнение измерений (анализа) прекращают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Для оценки систематической погрешности методов анализа в качестве опорных используют аттестованные значения массовых долей элементов в стандартных образцах.

Систематическая погрешность методов определения массовых долей элементов вышеприведенными методами определения является незначимой при доверительной вероятности *P*=0,95 для всех уровней определяемых массовых долей элементов в цинковом концентрате.

В качестве образцов для контроля стабильности показателей правильности могут быть использованы межгосударственные стандартные образцы (МСО), а также стандартные образцы (СО), прошедшие официальный порядок узаконения на территории страны, применяющей данный стандарт.

Периодичность контроля – при смене специалистов, реактивов, замене аппаратуры, а также изменении других условий выполнения анализа, о чем указывают в документах лаборатории.

## 5 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы и растворы

Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой любого типа.
Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с погрешностью взвешивания ±0,0002 г.
Электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.
Вытяжной шкаф любого типа.
Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 500 $см^3$ по ГОСТ 1770.
Пипетки градуированные 1, 2, 5, 10 $см^3$ по ГОСТ 29228
Бюретки 25, 50 $см^3$. по ГОСТ 29251
Посуда стеклянная химико-лабораторная по ГОСТ 7851−74.
Часовое стекло.
Газообразный аргон высшего сорта по ГОСТ 10157.
Медь марки МО по ГОСТ 859.
Кадмий по ГОСТ 1467.
Свинец по ГОСТ 3778.
Алюминий первичный по ГОСТ 11069.
Индий марки ИнО по ГОСТ 10297.
Кобальт марки КО по ГОСТ 123.
Марганец металлический марки МрОО по ГОСТ 6008.
Сурьма по ГОСТ 1089.
Карбонильное радиотехническое железо по ГОСТ 13610.
Мышьяк металлический с массовой долей мышьяка не менее 99,90%.
Триоксид мышьяка по ГОСТ 1973.
Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор 2%.
Фтористый аммоний по ГОСТ 4518.
Хлористый аммоний по ГОСТ 3773.
Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор азотной кислоты (1:1).
Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор соляной кислоты (1:1, 1:5, 1:10) и 2н раствор.
Смесь соляной и азотной кислот (3:1).
Кислота серная по ГОСТ 4204.
Бром по ГОСТ 4109.
Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

Основной многоэлементный раствор кадмия, свинца и кобальта $А_1$ с массовой концентрацией каждого элемента 1 $мг/см^3$: навески кадмия, свинца и кобальта массой по 0,100 г каждая растворяют в 20 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:1), сначала при температуре лабораторного помещения, затем при нагревании на электроплитке. После растворения навесок металлов раствор кипятят для удаления оксидов азота и упаривают до объема 2–3 $см^3$ , приливают 20 $см^3$ дистиллированной воды и охлаждают. Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки 2н раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение одного года.

Раствор кобальта $Б_1$: 10 $см^3$ раствора $А_1$ переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки 2н раствором соляной кислоты и перемешивают, 1 $см^3$ раствора $Б_1$ содержит 0,1 $мг/см^3$ кобальта.

Градуировочные многоэлементные растворы для определения кадмия и свинца: в восемь мерных колб вместимостью по 100 $см^3$ каждая переносят 1; 2; 3; 4; 5; 10; 30 и 50 $см^3$ раствора $А_1$, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:10) и перемешивают. Полученные растворы имеют массовые концентрации кадмия и свинца 10; 20; 30; 40; 50; 100; 300 и 500 $мг/дм^3$, что при навеске пробы массой 0,5 г и разведении 50 $см^3$ соответствует диапазону массовых долей кадмия и свинца в цинковых концентратах от 0,1 до 5,0%.

Градуировочные растворы для определения кобальта: в пять мерных колб вместимостью 100 $см^3$ переносят 0,5; 1; 2; 5 и 10 $см^3$ раствора $Б_1$. Доводят до метки 2н раствором соляной кислоты и перемешивают. Полученные растворы имеют массовые концентрации кобальта 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 $мг/дм^3$, что при навеске пробы массой 1,0 г и разведении 100 $см^3$ соответствует диапазону массовых долей кобальта в цинковых концентратах от 0,005 до 0,1%.

Основной многоэлементный раствор железа, алюминия и марганца $А_2$ с массовой концентрацией каждого элемента 1 $мг/см^3$: навески железа, алюминия и марганца массой 0,100 г каждая растворяют при нагревании в 10 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор $А_2$ устойчив в течение одного года.

Градуировочные растворы для определения железа: в пять мерных колб вместимостью по 500 $см^3$ каждая переносят 20; 40; 60; 80 и 100 $см^3$ раствора $А_2$, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:10) и перемешивают. Полученные растворы имеют массовые концентрации железа 40; 80; 120; 160 и 200 $мг/дм^3$, что при навеске пробы массой 0,5 г и разведении 500 $см^3$ соответствует

диапазону массовых долей железа в цинковых концентратах от 4,0 до 20,0%.

Градуировочные многоэлементные растворы для определения алюминия и марганца: в пять мерных колб вместимостью по 500 $см^3$ каждая отбирают 0,5; 1,0; 5,0; 10,0 и 25,0 $см^3$ раствора $А_2$, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:10) и перемешивают. Полученные растворы имеют массовые концентрации алюминия и марганца 1,0; 2,0; 10,0; 20,0 и 50,0 $мг/дм^3$, что при навеске пробы массой 0,5 г и разведении 500 $см^3$ соответствует диапазону массовых долей алюминия и марганца в цинковых концентратах от 0,1 до 5,0%.

Основной раствор мышьяка $А_3$ массовой концентрацией 1 $мг/см^3$ готовят одним из двух способов:

1. Навеску мышьяка массой 0,100 г растворяют в 10 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот (3:1), раствор упаривают до объема 1−2 $см^3$, приливают 20 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение одного года.

2. Навеску триоксида мышьяка массой 0,132 г растворяют в 5 $см^3$ 2% раствора гидроксида натрия, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор устойчив в течение одного года.

Градуировочные растворы для определения мышьяка: в пять мерных колб вместимостью по 100 $см^3$ каждая переносят 1; 2; 4; 8; 10 $см^3$ раствора $А_3$, приливают 20 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:5), перемешивают, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и тщательно перемешивают. Полученные растворы имеют массовые концентрации мышьяка 10,0; 20,0; 40,0; 80,0 и 100,0 $мг/дм^3$, что при навеске пробы массой 1,0 г и разведении 50 $см^3$ соответствует диапазону массовых долей мышьяка в цинковых концентратах от 0,05 до 0,5%.

Основной раствор меди $А_4$ массовой концентрацией 1 $мг/см^3$: навеску меди массой 0,100 г растворяют в 10 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:1), раствор упаривают до объема 2−3 $см^3$ , приливают 30 $см^3$ дистиллированной воды и охлаждают. Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ , доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор имеет массовую концентрацию меди 1 $мг/см^3$. Раствор $А_4$ устойчив в течение одного года.

Градуировочные растворы для определения меди: в пять мерных колб вместимостью по 100 $см^3$ каждая переносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 4,0 $см^3$ основного раствора меди $А_4$, в каждую колбу приливают 20 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:5), доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Полученные растворы имеют массовые концентрации меди 5,0; 10,0; 20,0; 30,0 и 40,0 $мг/дм^3$, что при навеске пробы массой 0,5 г и разведении 500 $см^3$ соответствует диапазону массовых долей меди в цинковых концентратах от 0,5 до 4,0%.

Основные растворы индия $А_5$ и сурьмы и $А_6$ массовой концентрацией 1 $мг/см^3$: навески индия и сурьмы массой по 0,100 г растворяют при нагревании в 20 $см^3$ соляной кислоты, кипятят и охлаждают. Переносят в мерные колбы вместимостью по 100 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Полученные растворы $А_5$ и $А_6$ устойчивы в течение года.

Растворы индия $Б_2$ и сурьмы $Б_3$: 10 $см^3$ раствора $А_5$ и $А_6$ переносят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, в каждую колбу приливают 10 $см^3$ соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Полученные растворы $Б_2$ и $Б_3$ имеют массовые концентрации индия и сурьмы по 0,1 $мг/см^3$ соответственно.

Градуировочные растворы для определения индия и сурьмы: в шесть мерных колб для каждого элемента вместимостью 100 $см^3$ переносят по 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 $см^3$ раствора индия $Б_2$ и сурьмы $Б_3$. В каждую колбу приливают 10 $см^3$ соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученные растворы имеют массовые концентрации 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5 $мг/дм^3$ индия и сурьмы соответственно.

## 6 Определение меди, свинца, кадмия, железа, алюминия, кобальта, сурьмы, марганца и мышьяка

### 6.1 Проведение анализа

Для определения меди, свинца, кадмия, железа, алюминия, кобальта, сурьмы, марганца и мышьяка навеску цинкового концентрата массой от 0,25 г до 1,0 г (в зависимости от массовых долей элементов в цинковом концентрате) помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 0,3−0,4 г фтористого аммония, приливают 10 $см^3$ азотной кислоты и 1 $см^3$ брома, накрывают часовым стеклом и выдерживают без нагревания в течение 2 ч. Снимают стекло, нагревают колбу на электроплитке до удаления избытка брома, приливают 20 $см^3$ соляной кислоты и упаривают до объема 5 $см^3$ . Раствор охлаждают, добавляют 20 $см^3$ 2н раствора соляной кислоты и переносят в мерную колбу вместимостью 100 или 250 $см^3$ в зависимости от массовой доли определяемого элемента, доводят до метки 2н раствором соляной кислоты, тщательно перемешивают и выдерживают раствор в течение 20−30 мин для отстаивания осадка. Аналогично проводят контрольный опыт.

Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой готовят к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Устанавливают мощность плазмы, расход аргона, высоту регистрируемой зоны плазмы и другие параметры таким образом, чтобы достигнуть оптимальных значений по чувствительности и точности определения элементов.

Последовательно вводят в плазму растворы контрольного опыта, градуировочные растворы и анализируемые растворы проб. Для каждого раствора выполняют три измерения интенсивности аналитической линии каждого элемента и вычисляют среднее арифметическое значение. С помощью градуировочного графика находят значение массовой концентрации определяемого элемента в растворе.

## 7 Определение индия

Сущность метода определения индия заключается в концентрировании его на гидроксиде железа (III) с использованием содержащегося в пробе железа, растворении осадка гидроксидов, введении анализируемого раствора в плазму и измерении интенсивности аналитической спектральной линии индия при длине волны 230,606 нм.

7.1 Проведение анализа

Навеску цинкового концентрата массой от 0,5 г до 2.0 г (в зависимости от массовой доли индия в концентрате) помещают в коническую колбу вместимостью 100 или 250 см$^3$, смачивают дистиллированной водой, прибавляют 0,5–1,0 г фтористого аммония, перемешивают, приливают 10–20 см$^3$ соляной кислоты и нагревают в течение 8–10 мин, приливают 5–8 см$^3$ азотной кислоты и 1–2 см$^3$ брома, накрывают часовым стеклом и выдерживают без нагревания в течение 2 ч. Снимают часовое стекло и нагревают до удаления избытка брома, после чего добавляют 10–20 см$^3$ соляной кислоты и выпаривают до влажных солей, приливают 10 см$^3$ соляной кислоты и снова выпаривают до влажных солей. Приливают 10 см$^3$ соляной кислоты и выпаривают до объема 3–5 см$^3$, приливают 80–100 см$^3$ дистиллированной воды, раствор нагревают и кипятят в течение 3–5 мин. Осадок отфильтровывают. Если нерастворимый осадок небольшой, то его можно не отфильтровывать. В солянокислый раствор прибавляют около 1 г хлорида аммония, затем аммиак до выпадения гидроксидов (раствор железа (III) не вводят, поскольку цинковый концентрат содержит достаточное количество собственного железа (III)) и еще избыток аммиака (10 см$^3$). Раствор с осадком перемешивают и оставляют в теплом месте на 5–10 мин для коагуляции осадка гидроксидов. Раствор фильтруют через неплотный фильтр и промывают два раза горячим раствором хлорида аммония массовой концентрацией 2%. Разворачивают на воронке фильтр и смывают осадок 10–12 см$^3$ горячего раствора соляной кислоты (1:1) в мерную колбу вместимостью 25 см$^3$. Фильтр промывают горячей дистиллированной водой, собирая раствор в ту же мерную колбу вместимостью 25 см$^3$. Раствор охлаждают, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Аналогично проводят контрольный опыт.

Растворы пробы, растворы для построения градуировочного графика и раствор контрольного опыта распыляют в плазму и измеряют интенсивность аналитической спектральной линии индия при длине волны 230,606 нм. Массовую концентрацию индия в анализируемом растворе пробы находят по градуировочному графику.

7.1.2 Обработка результатов анализа

Массовую долю элементов X в цинковом концентрате, %, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{\left(C - C_{К.О.}\right) \cdot V}{m} \cdot 10^{-4}, \qquad (7)$$

где $C$ – массовая концентрация определяемого элемента в анализируемом растворе, мкг/см$^3$;

$C_{К.О.}$ – массовая концентрация определяемого элемента в растворе контрольного опыта, мкг/см$^3$;

$V$ –объем анализируемого раствора, см$^3$;

$m$ – масса навески пробы, г.

Приемлемость полученных результатов определения массовой доли элементов оценивают по ГОСТ Р 53198 раздел 13.

Метрологические характеристики результатов определения массовой доли элементов не должны превышать величин, указанных в таблице 3.

Контроль стабильности результатов, включая их правильность, оценивают по ГОСТ Р 53198 раздел 13.

Возможно применение других методик проведения анализа при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в таблице 3.

Таблица 3 − Метрологические характеристики результатов определения элементов методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой при доверительной вероятности P=0,95

В процентах

| Массовая доля элемента. | Стандартное отклонение повторяемости, $S_r$ | Предел повторяемости при n=2, r | Стандартное отклонение воспроизводимости, $S_R$ | Предел воспроизводимости при n=2, R | Предел абсолютной погрешности, ±Δ | Критическое значение,. K |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **Медь** | | | | | | |
| От 0,10 до 0,30 включ. | 0,01 | 0,03 | 0,01 | 0,03 | 0,02 | 0,02 |
| Св. 0,30 « 0,60 » | 0,01 | 0,03 | 0,02 | 0,06 | 0,04 | 0,03 |
| « 0,60 « 1,20 » | 0,02 | 0,06 | 0,03 | 0,08 | 0,06 | 0,04 |
| « 1,20 « 2,50 » | 0,04 | 0,10 | 0,07 | 0.20 | 0,14 | 0,12 |
| « 2,50 « 5,00 » | 0,07 | 0,20 | 0,11 | 0,30 | 0,22 | 0,18 |
| **Мышьяк** | | | | | | |
| От 0,030 до 0,060 включ. | 0,004 | 0,010 | 0,005 | 0,020 | 0,010 | 0,010 |
| Св. 0,060» 0,100 » | 0,007 | 0,02 | 0,011 | 0,030 | 0,022 | 0,017 |
| « 0,10 « 0,30 » | 0,01 | 0,03 | 0,01 | 0,04 | 0,02 | 0,02 |
| « 0,30 « 0,50 » | 0,01 | 0,04 | 0,02 | 0,05 | 0,04 | 0,03 |
| « 0,50 « 0,70 » | 0,02 | 0,05 | 0,02 | 0,06 | 0,04 | 0,04 |
| **Железо** | | | | | | |
| От 3,0 до 5,00 включ. | 0,05 | 0,15 | 0,09 | 0,25 | 0,18 | 0,15 |
| Св. 5,00 « 8,00 » | 0,09 | 0,25 | 0,11 | 0,30 | 0,22 | 0,18 |
| « 8,00 « 12,00 » | 0,11 | 0,30 | 0,13 | 0,35 | 0,26 | 0,22 |
| « 12,00 « 20,00 » | 0,13 | 0,35 | 0,14 | 0,40 | 0,28 | 0,25 |
| **Свинец** | | | | | | |
| От 0,10 до 0,30 включ. | 0,01 | 0,03 | 0,01 | 0,04 | 0,02 | 0,02 |
| Св. 0,30 « 0,60 » | 0,01 | 0,04 | 0,02 | 0,05 | 0,04 | 0,03 |
| « 0,60 « 1,20 » | 0,02 | 0,06 | 0,03 | 0,08 | 0,06 | 0,04 |
| « 1,20 « 2,50 » | 0,04 | 0,10 | 0,07 | 0,20 | 0,14 | 0,12 |
| « 2,50 « 5,00 » | 0,07 | 0,20 | 0,11 | 0,30 | 0,22 | 0,18 |
| **Кадмий** | | | | | | |
| От 0,10 до 0,30 включ. | 0,01 | 0,03 | 0,01 | 0,04 | 0,02 | 0,02 |
| Св. 0,30 « 0,60 « | 0,02 | 0,06 | 0,03 | 0,08 | 0,06 | 0,04 |
| « 0,60 « 1,20 » | 0,04 | 0,10 | 0,04 | 0,10 | 0,08 | 0,06 |
| « 1,20 « 2,50 » | 0,05 | 0,15 | 0,05 | 0,15 | 0,10 | 0,08 |
| « 2,50 « 5,00 » | 0,07 | 0,20 | 0,07 | 0,25 | 0,14 | 0,13 |
| **Алюминий** | | | | | | |
| От 0,20 до 0,60 включ. | 0,02 | 0,06 | 0,02 | 0,07 | 0,04 | 0,03 |
| Св. 0,60 « 2,00 » | 0,06 | 0,17 | 0,07 | 0,20 | 0,14 | 0,12 |
| « 2,00 « 5,00» | 0,12 | 0,33 | 0,14 | 0,40 | 0,28 | 0,25 |
| **Кобальт** | | | | | | |
| От 0,0050 до 0,0100 включ. | 0,0003 | 0,0008 | 0,0004 | 0,001 | 0,0008 | 0,0008 |
| Св. 0,010 « 0,030 » | 0,001 | 0,003 | 0,001 | 0,003 | 0,002 | 0,0015 |
| « 0,030 « 0,100» | 0,003 | 0,008 | 0,004 | 0,010 | 0,008 | 0,007 |
| **Сурьма** | | | | | | |
| От 0,0050 до 0,0100 включ. | 0,0007 | 0,002 | 0,0007 | 0,002 | 0,0014 | 0,0012 |
| Св. 0,010 « 0,030 | 0,001 | 0,003 | 0,001 | 0,004 | 0,002 | 0,0016 |
| « 0,030 « 0,100» | 0,002 | 0,006 | 0,003 | 0,007 | 0,006 | 0,005 |
| « 0,10 « 0,30» | 0,007 | 0,02 | 0,007 | 0,02 | 0,014 | 0,012 |
| « 0,30 « 0,50» | 0,01 | 0,03 | 0,01 | 0,03 | 0,02 | 0,01 |

*Окончание таблицы 3*

| Массовая доля элемента. | Стандартное отклонение повторяемости, $S_r$ | Предел повторяемости при n=2, r | Стандартное отклонение воспроизводимости, $S_R$ | Предел воспроизводимости при n=2, R | Предел абсолютной погрешности, ±Δ | Критическое значение,. К |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Марганец | | | | | | |
| От. 0,10 до 0,30 включ. | 0,02 | 0,05 | 0,02 | 0,06 | 0,04 | 0,03 |
| Св. 0,30 « 0,50» | 0,03 | 0,09 | 0,04 | 0,11 | 0,08 | 0,06 |
| « 0,50 « 1,00» | 0,07 | 0,18 | 0,08 | 0,22 | 0,16 | 0,15 |
| « 1,00 « 2,00» | 0,10 | 0,28 | 0,12 | 0,33 | 0,24 | 0,22 |
| **Индий** | | | | | | |
| От 0,0005 до 0,0010 включ. | 0,0001 | 0,0003 | 0,0001 | 0,0004 | 0,0002 | 0,0003 |
| Св. 0,0010 « 0,0020» | 0,0001 | 0,0004 | 0,0002 | 0,0005 | 0,0004 | 0,0003 |
| « 0,0020 « 0,0050» | 0,0002 | 0,0005 | 0,0002 | 0,0006 | 0,0004 | 0,0004 |
| « 0,0050 « 0,0080» | 0,0004 | 0,0010 | 0,0005 | 0,0015 | 0,0010 | 0,0009 |
| « 0,0080 « 0,0100» | 0,0007 | 0,0020 | 0,0010 | 0,0030 | 0,0020 | 0,0015 |
| « 0,010 « 0,020 » | 0,001 | 0,003 | 0,001 | 0,004 | 0,002 | 0,002 |
| Св. 0,020 « 0,050 » | 0,001 | 0,004 | 0,002 | 0,005 | 0,004 | 0,003 |
| « 0,050 « 0,100» | 0,003 | 0,008 | 0,004 | 0,010 | 0,008 | 0,005 |

УДК 622.344-15:546.19.06:006.354 ОКС 71.040.50 ОКП 17 2515

Ключевые слова: концентрат цинковый, аналитические методы анализа, методы контроля, массовая доля.

Подписано в печать 01.08.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 38 экз. Зак. 3163.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru