ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54920— 2012

Концентраты цинковые

Атомно-абсорбционный метод определения меди, свинца, кадмия, кобальта, железа, калия, натрия, золота, серебра, индия, кальция и магния

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

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

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июня 2012 г. № 125−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

Атомно-абсорбционный метод определения меди, свинца, кадмия, кобальта, железа, калия, натрия, золота, серебра, индия, кальция и магния

Zink concentrates. Atomic absorption method for determination of copper, lead, cadmium, cobalt, iron, potassium, sodium, gold, silver, indium, calcium and magnesium

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный метод определения массовой доли меди, свинца, кадмия, кобальта, железа, калия, натрия, золота, серебра, индия, кальция и магния в цинковых концентратах.

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

ГОСТ Р 52124–2003 Концентраты цинковые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

ГОСТ Р 52361–2008 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

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 123–2008 Кобальт. Технические условия

ГОСТ 804–93 Магний первичный в чушках. Технические условия

ГОСТ 859–2001 Медь. Марки

ГОСТ 1467–93 Кадмий. Технические условия

ГОСТ 1770–74 (ИСО 1042–83, ИСО 4788–80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2210–73 Аммоний хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 2567–89 Кислота фтористоводородная техническая. Технические условия

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760–79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3778–98 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4109–79 Реактивы. Бром. Технические условия

ГОСТ 4166–76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4233–77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234–77 Реактивы. Калий 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 4530–76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

ГОСТ 5457–75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 6709−72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 6835−2002 Золото и сплавы на его основе. Марки
ГОСТ 6836−2002 Серебро и сплавы на его основе. Марки
ГОСТ 9147−80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 9546−75 Аммоний фтористый кислый. Технические условия
ГОСТ 10297−94 Индий. Технические условия
ГОСТ 13610−79 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия
ГОСТ 14919−83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 25336−82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 29169−91 (ИСО 648−77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
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 (ИСО 385-1−84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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 обозначения

В настоящем стандарте применены термины и обозначения по
ГОСТ Р ИСО 5725−1 , ГОСТ Р ИСО 5725−6, ГОСТ Р 52361 и ГОСТ Р 53198.

4 Общие требования

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

4.1 Получение градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику получают с использованием градуировочных образцов. В качестве градуировочных образцов могут быть использованы стандартные образцы или аттестованные растворы.

График строят в системе прямоугольных координат, по оси абсцисс откладывают числовые значения массовой концентрации или массы компонента, а по оси ординат − значения аналитического сигнала.

Для построения градуировочного графика требуется не менее пяти градуировочных образцов, охватывающих весь диапазон определяемых массовых долей компонентов. Для каждого из них вычисляют значение аналитического сигнала как среднеарифметическое трех результатов параллельных определений. Градуировочные растворы используют в день приготовления.

4.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику признают стабильной при выполнении следующего условия:

$$|X\text{-}C| \le K_{гр}, \qquad (1)$$

где X– воспроизведенное по градуировочной характеристике аттестованное значение массы, массовой концентрации определяемого компонента в градуировочном образце;

C – аттестованное значение массы, массовой концентрации определяемого компонента в градуировочном образце;

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

Контроль стабильности градуировочной характеристики осуществляют с использованием градуировочных образцов с массой, массовой концентрацией определяемого компонента вблизи нижней и верхней границ, а также середины диапазона построения градуировочного графика.

При невыполнении условия для одного градуировочного образца эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия строят новую градуировочную характеристику.

Периодичность контроля стабильности градуировочной характерис –тики 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 Установление приемлемости результатов параллельных определений

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.

$$R = Q(P, n)s_r, \qquad (2)$$

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 1

.

Таблица 1 – 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 в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

4.4 Контроль стабильности результатов анализа

Контроль стабильности результатов измерений (анализа) в пределах лаборатории осуществляют и проводят в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 и ГОСТ Р 53198 (раздел 13).

5 Определение массовых долей меди, свинца, кадмия, кобальта, железа, калия, натрия, золота, серебра, индия, кальция и магния методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии

Метод атомно-абсорбционной спектрофотометрии основан на измерении величины поглощения линий элементов меди, кадмия, кобальта, свинца, железа, мышьяка, натрия, калия, золота, серебра, индия, магния и кальция при распылении растворов проб и градуировочных растворов в воздуш- но – ацетиленовое или воздушно – пропановое пламя.

Значения массовых концентраций элементов в анализируемых растворах находят по

градуировочным графикам.

Метод позволяет определять следующие элементы при определенных длинах волн аналитических линий элементов в диапазонах массовых долей, указанных в таблице 2 .

Таблица 2 – Диапазоны массовых долей, элементов, длин волн аналитических линий элементов, определяемых в цинковом концентрате методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии

Определяемый элемент	Массовая доля, % (г/т)	Длина волны, нм
Медь	0,1–5,0	249,2
Кадмий	0,1–5,0	228,8
Кобальт	0,005–0,1	240,7
Свинец	0,1–5,0	283,3
Железо	4,0–18,0	248,3
Мышьяк	0,05–0,5	193,7
Натрий	0,002–0,500	589,0 и 589,6
Калий	0,02–0,50	766,5
Золото	(0,05–10,0) г/т	242,8
Серебро	(10,0–600,0) г/т	328,0
Индий	0,0005–0,1	303,9
Магний	0,1–5,0	285,2
Кальций	0,1–5,0	422,7

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

Атомно-абсорбционный спектрофотометр любого типа.

Спектральные лампы с олынным катодом для определения меди, кадмия, кобальта, свинца, железа, мышьяка, натрия, калия, золота, серебра, индия, магния и кальция

Весы аналитические лабораторные по ГОСТ Р 53228;

Мерные колбы вместимостью 25, 50, 100, 200, 250, 500, 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770;

Вытяжной шкаф любого типа;

Сушильный лабораторный шкаф любого типа;

Муфельная печь, обеспечивающая температуру нагрева 1000°С;

Электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919;

Эксикатор по ГОСТ 25336;

Делительная воронка;

Фарфоровый тигель по ГОСТ 9147;

Часовое стекло;

Колбы конические вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336;

Пипетки градуированные 1,0; 2,0;5,0;10,0 $см^3$ по ГОСТ 29227;

Чашки из стеклоуглерода вместимостью 50 $см^3$;

Фторопластовые стаканы по [4];

Медь марки МО по ГОСТ 859;

Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610;

Кадмий по ГОСТ 1467;

Кобальт марки КО по ГОСТ 123;

Свинец по ГОСТ 3778;

Индий марки не ниже ИнО по ГОСТ 10297;

Магний по ГОСТ 804;
Золото по ГОСТ 6835;
Серебро по ГОСТ 6836;
Мышьяк металлический по [1];
Воздух, сжатый до давления $2 \cdot 10^5 - 6 \cdot 10^5$ Па (2–6 кг/см^2)
Газообразный ацетилен по ГОСТ 5457 в баллоне, снабженном редуктором;
Дистиллированная вода по ГОСТ 6709;
Азотная кислота по ГОСТ 4461 , раствор азотной кислоты (1:1);
Соляная кислота по ГОСТ 3118, растворы соляной кислоты (1:1, 1:5, 1:10, 1н и 2н раствор);
Смесь соляной и азотной кислот (3:1);
Фтористоводородная кислота по ГОСТ 2567
Аммиак водный по ГОСТ 3760 и раствор аммиака (1:1);
Бром по ГОСТ 4109;
Аммоний фтористый по ГОСТ 4518;
Аммоний фтористый кислый по ГОС 9546;
Аммоний хлористый по ГОСТ 2210 и раствор аммония хлористого 2%;
Хлорид натрия по ГОСТ 4233;
Хлорид калия по ГОСТ 4234;
Кальция карбонат по ГОСТ 4530;
Сульфат натрия безводный по ГОСТ 4166;
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 1н раствор;
Метилизобутилкетон по ТУ 6–09–08–1983–88.
Гидроксид натрия по ГОСТ 4328, раствор концентрации 1 моль/дм^3;
Триоксид лантана по [2];

Раствор лантана готовят следующим образом: навеску триоксида лантана La_2O_3 массой 28,0 г растворяют в 50 см^3 концентрированной соляной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1,0 дм^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученный раствор имеет массовую концентрацию 28 г/дм^3 лантана. Растворов устойчив в течение года;

Метилизобутилкетон по [3];

Метилизобутилкетон (МИКБ), очищенный перд употреблением следующим образом: 10 объмных частей МИКБ встряхивают с одной бъемной частью раствора гидроксида натрия в течение 1 мин. Органический слой сливают в другую делительную воронку, операцию повторяют. Промывают одной объемной частью дистиллированной воды два раза и сушат с сульфатом натрия. Фильтруют через неплотный фильтр в посуду из темного стекла.

Используемые в анализе реактивы должны иметь марку не ниже ч.д.а., а реактивы, применяемые для приготовления основных растворов, должны иметь марку х.ч. или о.с.ч.

Основные растворы кадмия и магния готовят следующим образом: навески кадмия и магния массой по 0,1000 г растворяют каждую в 20 см^3 раствора соляной кислоты (1:1) при нагревании, приливая соляную кислоту и несколько капель азотной кислоты до полного растворения, растворы выпаривают досуха, приливают по 10 см^3 соляной кислоты и нагревают до растворения солей.

Растворы кадмия и магния переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают. Полученные растворы имеют массовую концентрацию 1 мг/см^3 кадмия и магния соответственно. Растворы устойчивы в течение одного года.

Растворы для построения градуировочного графика для кадмия готовят следующим образом: в пять мерных колб вместимостью 100 см^3 помещают 0,1; 0,2; 0,4; 0,8 и 1,0 см^3 основного раствора кадмия, доводят до метки

раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают. Полученные растворы имеют массовые концентрации кадмия: 1,0; 2,0; 4,0; 8,0 и 10,0 мг/дм^3. При навеске цинкового концентрата 1,000 г и разведении пробы 100 см^3 градуировочный график позволяет определять от 0,01 до 0,1% кадмия.

Раствор для построения градуировочного графика для магния готовят следующим образом: в пять мерных колб вместимостью 100 см^3 переносят 1,0; 2,0; 3,0, 4,0 и 5,0 см^3 основного раствора магния, приливают 10 см^3 соляной кислоты, 5,0 см^3 раствора лантана, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученные растворы имеют массовые концентрации магния 10,0; 20,0; 30,0; 40,0 и 50,0 мг/дм^3. При навеске цинкового концентрата 0,500 г и разведении пробы 100 см^3 градуировочный график позволяет определять от 0,2 до 1,0% магния. При более высоких массовых долях магния целесообразно использовать навеску пробы 0,1000 г. Градуировочные растворы используют в день приготовления.

Основной раствор мышьяка готовят следующим образом: навеску мышьяка массой 0,1000 г растворяют в смеси азотной и соляной кислот (3:1) при нагревании. Раствор упаривают до объема 2–3 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 перемешивают. Полученне растворы имеют массовые концентрацие мышьяка 1 $мг/см^3$. Раствор устойчив в течение года.

Для построения градуировочного графика в пять мерных колб вместимостью 100 $см^3$ переносят 0,1; 0,2; 0,4; 0,8 и 1,0 $см^3$ основного раствора мышьяка. Доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают. Полученные растворы имеют массовые концентрации мышьяка 1,0; 2,0; 4,0; 8,0 и 10,0 $мг/дм^3$. При навеске массой 1,0000 г и разведении пробы 100 $см^3$ градуировочный график позволяет определять от 0,01 до 0,1% мышьяка.

Растворы для построения градуировочного графика с более высокими массовыми концентрациями готовят следующим образом: в шесть мерных колб вместимостью 100 $см^3$ переносят 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 $см^3$ основного раствора мышьяка, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают. Полученные растворы имеют массовую концентрацию мышьяка 10,0; 20,0; 50,0 и 100,0 $мг/дм^3$. При навеске массой 1,0000 г и разведении пробы 100 $см^3$ градуировочный график позволяет определять от 0,1 до 1,0% мышьяка.

Основные растворы А меди, свинца, кобальта и железа готовят следующим образом: навески меди, свинца, кобальта и железа, каждая массой по 0,1000 г растворяют отдельно в 10 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:1) вначале без нагревания, затем при нагревании. Растворы упаривают до объема 2–3 $см^3$, приливают 20 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:5), кипятят, охлаждают, переносят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Полученные растворы имеют массовые концентрации меди, свинца, кобальта и железа по 1 $мг/см^3$. Растворы устойчивы в течение года.

Растворы Б меди, свинца и кобальта готовят следующим образом:

10 $см^3$ раствора переносят мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 20 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:5), доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Растворы Б имеют массовые концентрации меди, свинца и кобальта по 0,1 $мг/см^3$. Расторы устойчивы в течение одного года.

Градуировочные графики меди готовят следующим образом: в пять мерных колб вместимостью 100 $см^3$ каждая помещают по отдельности соответственно 1,0 и 5,0 $см^3$ раствора меди Б и 1,0; 2,0 и 5,0 $см^3$ раствора меди А, приливают по 2 $см^3$ нсоляой кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Растворы имеют соответственно массовые концентрации меди 1,0; 5,0; 10,0; 20,0 и 50,0 $мг/дм^3$.

Аналогично готовят градуировочные растворы свинца.

Градуировочные растворы кобальта готовят следующим образом: в пять мерных колб вместимостью 100 $см^3$ каждая помещают по отдельности соответственно 1,0; 2,0 и 5,0 $см^3$ раствора кобальта Б и 1,0 и 2,0 $см^3$ раствора кобальта А, приливают по 2$см^3$ соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Растворы имеют соответственно массовые концентрации кобальта 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 и 20,0 $мг/дм^3$.

Градуировочные расворы железа готовят следующим образом: в четыре мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ каждая помещают по отдельности соответственно 1,0; 2,0; 4,0 и 5,0 $см^3$ раствора железа А, приливают по 2$см^3$ соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешиваю .

Растворы имеют соответственно массовые концентрации железа 10,0; 20,0; 40,0; и 50,0 $мг/дм^3$.

Градуировочные растворы меди, свинца, кобальта и железа устойчивы в течении одного месяца.

Основной раствор индия А массовой концентрацией 1 $мг/см^3$ готовят следующим образом: навеску индия массой 0,1000 г растворяют в 20 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор упаривают до объема 2–3 $см^3$, приливают 10 $см^3$ соляной кислоты, кипятят, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение одного года.

Раствор индия Б готовят следующим образом: 10,0 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 10 $см^3$ соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор Б имеет массовую концентрацию индия 0,1 $мг/см^3$. Раствор устойчив в течении одного года.

Градуировочные растворы используют в день приготовления.

Градуировочные растворы индия готовят следующим образом: в восемь мерных колб вместимостью 200 $см^3$ каждая переносят по отдельности соответственно 1, 2, 4 и 6 $см^3$ раствора Б и 1, 2, 3 и 4 $см^3$ раствора А, приливают в каждую 20 $см^3$ соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Растворы имеют соответственно массовые концентрации индия 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 $мг/дм^3$.

Градуировочные растворы используют в день приготовления.

Основной раствор натрия А массовой концентрацией 1$мг/см^3$ готовят следующим образом: хлористый натрий сушат в сушильном шкафу при температуре 100°С в течение 1 ч, затем помещают в эксикатор. После охлаждения навеску хлористого натрия массой 2,542 г растворяют в дистиллированной воде, переносят в

мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор устойчив в течении года.

Растворы Б, В и Г массовой концентрацией натрия 100, 10 и 1,0 $мкг/см^3$ готовят методом последовательного разбавления раствора А.

Градуировочные растворы массовой концентрацией натрия от 0,2 до 60 $мкг/см^3$ готовят из растворов Б, В и Г с учетом данных таблицы 3 и приливают в мерные колбы вместимостью 100 и 250 $см^3$ соответственно 10 и 25 $см^3$ соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Таблица 3 – Данные для приготовления градуировочных растворов натрия

Массовая концентрация натрия в градуировочном растворе, $мкг/см^3$	Объем раствора, необходимый для приготовления градуировочного раствора, $см^3$			Вместимость мерной колбы, $см^3$
	Б	В	Г	
0,2	-	-	20	100
0,5	-	5	-	100
1	-	10	-	100
2	-	20	-	100
4	-	40	-	100
6	15	-	-	250
8	20	-	-	250
10	10	-	-	100
20	20	-	-	100
30	30	-	-	100
40	40	-	-	100
50	50	-	-	100
60	60	-	-	100

Градуировочный раствор натрия массовой концентрацией от 0,2–1,0 $мкг/см^3$ используют в день приготовления. Градкировочные растворы натрия массовой концентрацией от 2,0 до 100 $мкг/см^3$ устойчивы в течении месяца.

Раствор хлористого натрия массовой концентрацией натрия 100 $г/дм^3$ готовят следующим образом: 254,2 г хлористого натрия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор используют как деионизатор.

Основной раствор калия $А_1$ массовой концентрацией 1 $мг/см^3$ готовят следующим образом: хлористый калий сушат в сушильном шкафу при температуре 100°С в течение 1 ч, затем помещают в эксикатор. После охлаждения навеску хлористого калия массой 1,907 г растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Растворы $Б_1$ и $В_1$ массовой концентрацией калия 100 и 10 $мкг/см^3$ готовят разбавлением раствора $А_1$ в 10 и 100 раз.

Растворы $А_1$ и $Б_1$ устойчивы в течение года. Раствор $В_1$– в течение одного месяца.

Градуировочные растворы с массовой концентрацией калия от 0,5 до 40 $мкг/см^3$ готовят из растворов $Б_1$ и $В_1$ с учетом данных таблицы 4.

Таблица 4 – Данные для приготовления градуировочных растворов калия

Массовая концентрация калия в растворах, мкг/см^3	Объем раствора, необходимый для приготовления градуировочного раствора, см^3		Вместимость мерной колбы, см^3
	$Б_1$	$В_1$	
0,5	-	5	100
1	-	10	100
2	-	20	100
4	-	40	100
6	15	-	250
8	20	-	250
10	10	-	100
20	20	-	100
30	30	-	100
40	40	-	100

Градуировочные растворы калия с массовой концентрацией калия от 0,5 до 1,0 мкг/см^3 используют в день приготовления. Градуировочные растворы калия массовой концентрацией от 2,0 до 10,0 мкг/см^3 в течение месяца.

При использовании воздушно – пропанового пламени в каждые 100 см^3 раствора приливают по 10 см^3 соляной кислоты. При использовании воздушно – ацетиленового пламени дополнительно приливают в качестве деионизатора по 5 см^3 раствора хлористого натрия массовой концентрацией натрия 100 г/дм^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Основной раствор золота А массовой концентрацией золота 1 мг/см^3 готовят следующим образом: 0,1000 г золота растворяют в 10 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1) на водяной бане и выпаривают до влажных солей. Добавляют 0,1 г натрия хлористого, приливают 2–3 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают до влажных солей, приливают 10 см^3 соляной кислоты, 40–50 см^3 дистиллированной воды и кипятят в течение 2–3 мин. После охлаждения переносят раствор золота в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят в течение шести месяцев.

Раствор Б массовой концентрацией золота 0,1 мг/см^3 готовят следующим образом: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят в темном месте в течение месяца.

Раствор В массовой концентрацией золота 0,01 мг/ см^3 готовят следующим образом: 10 см^3 раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят в темном месте не более одного месяца.

Градуировочные растворы золота используют в день приготовления.

Основной раствор серебра А массовой концентрации 1 мг/см^3 готовят следующим образцом: навеску серебра массой 0,1000 г растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты (1:3) при нагревании, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 5 см^3 азотной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят в темном месте не более шести месяцев.

Раствор Б массовой концентрацией серебра 0,1 мг/см^3 готовят следующим образом:10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 5 см^3 азотной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят в темном месте не более одного месяца.

Растворы серебра для построения градуировочного графика готовят следующим образом: в пять мерных колб вместимостью 100 см^3 переносят 0,5; 1,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см^3 раствора, приливают по 15 см^3 соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученные растворы имеют массовые концентрации серебра 0,5; 1; 10; 15 и 20 мкг/см^3 соответственно. Их

используют в день приготовления.

Основной раствор кальция массовой концентрацией 1 мг/см^3 готовят следующим образом: углекислый кальций сушат при температуре 100°С в течение 1 часа в сушильном шкафу, затем помещают в эксикатор. После охлаждения берут навеску углекислого кальция массой 0,2500 г, растворяют в 50 см^3 раствора соляной кислоты (1:10) при слабом нагревании. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор устойчив в течение года.

Растворы кальция, используемые для построения градуировочных графиков готовят следующим образом: в пять мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая переносят 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора кальция, приливают 10 см^3 соляной кислоты, 5,0 см^3 раствора лантана, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученные растворы имеют массовые концентрации кальция 10,0; 20,0; 30,0; 40,0 и 50,0 мг/дм^3. Градуировочные растворы используют в день приготовления.

При навеске цинкового концентрата 0,5 г и разведении пробы 100 см^3 график позволяет определять от 0,2 до 1,0% кальция. При более высоких массовых долях кальция целесообразно использовать навеску пробы 0,1000 г.

7 Определение меди, кадмия, кобальта, свинца и железа

Для анализа используют две навески пробы.

Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы – по 6.

Таблица 5 – Условия подготовки к анализу цинкового концентрата.

Массовые доли элементов в цинковом концентрате, %	Навеска, г	Разведение, см^3
Медь, кадмий, свинец		
0,30	0,2	100
1,0	0,2	100
2,0	0,2	100
2,0	0,2	250
5,0	0,2	250
Железо		
2,0	0,2	250
5,0	0,2	250
10,0	0,2	500
20,0	0,1	500
Кобальт		
0,005	1,0	50
0,10	1,0	50

7.1 Проведение анализа

Навеску цинкового концентрата массой согласно таблице №5 помещают в коническую колбу вместимостью 100 или 250 см^3 соответственно, смачивают 1,0–1,5 см^3 дистиллированной воды, добавляют 0,5 г фтористого аммония, перемешивают, приливают 10 см^3 соляной кислоты, нагревают на электроплитке, кипятят раствор с осадком в течение 5–10 мин, приливают 5 см^3 азотной кислоты, выпаривают до влажных солей, приливают 10 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают до влажных солей. К влажным солям приливают 5 см^3 соляной кислоты, 20 см^3 дистиллированной воды, нагревают до растворения солей, охлаждают и переносят раствор в мерную колбу, вместимость которой зависит от ожидаемых массовых долей элементов в цинковом концентрате (таблица №5), доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. После отстаивания осадка измеряют поглощение в осветленной части раствора. Аналогично проводят контрольный опыт.

При проведении фотометрирования режим работы атомно-абсорбцион-ного спектрофотометра устанавливают в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

При выполнении измерений интенсивности аналитической линии каждого элемента последовательно распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя 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. Значение массовых концентраций определяемых элементов в анализируемых в растворах, находят по градуировочным графикам.

0.2 Обработка результатов

Массовую долю определяемого элемента в цинковом концентрате X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C - C_{К.О.}) \cdot V}{m} \cdot 10^{-4}, \quad \text{где} \qquad (3)$$

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

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

V – объем анализируемого раствора, см^3;

m – масса навески цинкового концентрата, г.

Приемлемость результатов параллельных определений оценивают по ГОСТ 53198, раздел 13.

Метрологические характеристики результатов определения элементов не должны превышать величин, указанных в таблице 6. Контроль стабильности результатов анализа, включая оценку их правильности, осуществляют по ГОСТ 53198, раздел 13.

Таблица 6 – Метрологические характеристики результатов определения элементов методом атомной абсорбции при доверительной вероятности P=0,95

В процентах

Массовая доля элемента, X	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	Крити-ческое значение, К
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
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
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

Окончание таблицы 6

Массовая доля элемента, X	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	Крити-ческое значение, К
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 3,00 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

8. Определение мышьяка

Проводят атомно-абсорбционным методом проводят по ГОСТ Р 52124 со следующими дополнениями:

– приемлемость параллельных результатов определения мышьяка оценивают по ГОСТ Р 53198, раздел 13;

– метрологические характеристики атомно-абсорбционного метода определения массовой доли мышьяка не должны превышать величин, указанных в таблице 6;

– контроль стабильности результатов анализа, включая оценку их правильности, осуществляют по ГОСТ Р 53198, раздел 13.

9. Определение натрия и калия

Для анализа используют две навески пробы.

9.1 Проведение анализа.

Навеску пробы массой 1,000 г помещают во фторопластовый стакан вместимостью 250 $см^3$, приливают 30 $см^3$ фтористоводородной кислоты, 30 $см^3$ соляной кислоты, 10 $см^3$ азотной кислоты и 2 $см^3$ брома, закрывают стакан фторопластовой крышкой и оставляют без нагревания в течение 30–40 мин. Затем снимают крышку, фторопластовый стакан ставят на электроплитку, нагревают и выпаривают почти досуха. Добавляют 10 $см^3$ соляной кислоты и выпаривают досуха.

К сухому остатку приливают 10 $см^3$ соляной кислоты и нагревают в течение 5–10 мин. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой,

перемешивают и переливают во фторопластовый стакан, в котором проводилось разложение пробы. Аналогично проводят два контрольных опыта.

Для определения натрия растворы контрольных опытов, градуировочные растворы и анализируемые растворы проб распыляют в воздушно – ацетиленовое пламя и измеряют интенсивности аналитических линий с длинами волн 589,0 и 589,6 нм.

Для определения калия с использованием воздушно – ацетиленового пламени необходимо внести в растворы деионизатор. Пробу предварительно разбавляют следующим образом: в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ переносят 25 $см^3$ анализируемого раствора, приливают 2,5 $см^3$ раствора хлористого натрия массовой концентрацией натрия 100 $г/дм^3$, 2 $см^3$ соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Аналогично проводят контрольный опыт.

Полученные растворы контрольного опыта, градуировочные растворы и анализируемые растворы проб распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя и измеряют интенсивность аналитической линии калия с длиной волны 766,5 нм.

При использовании воздушно –пропанового пламени для определения калия деионизатор в растворы не вносят. Значения массовых концентраций элементов в анализируемых растворах находят по градуировочным графикам.

9.2 Обработка результатов

Массовую долю натрия или калия *X*, %, вычисляют по формуле (3)

Приемлемость результатов параллельных определений рассчитывают по ГОСТ Р 53198, раздел 13.

Метрологические характеристики результатов определения натрия и калия не должны превышать величин, указанных в таблице 7.

Таблица 7 – Метрологические характеристики результатов определения натрия и калия при доверительной вероятности P=0,95

В процентах

Массовая доля элемента. X	Стандартное отклонение Повторяемости, S_r	Предел повторяемости при n=2, r	Стандартное отклонение воспроизводи-мости, S_R	Предел воспроизводи-мости при n=2, R	Предел абсолют-ной погрешности, ±Δ	Критическое значение. K
Натрий						
От 0,0020 до 0,0060 включ.	0,0002	0,0006	0,0003	0,0007	0,0006	0,0004
Св. 0.0060 » 0,0200 »	0,0004	0,0010	0,0004	0,0010	0,0008	0,0005
» 0.0200» 0.0500»	0,0014	0,0040	0,0020	0,0060	0,0040	0,0030
» 0.050 » 0,100 »	0,003	0,009	0,004	0,010	0,008	0,006
» 0.100 » 0.300 »	0.005	0,015	0,007	0,020	0,014	0,015
Калий						
От 0,020 до 0,050 включ.	0,001	0,004	0,002	0,006	0,004	0,003
Св. 0,050» 0.100 »	0,003	0,009	0,004	0,010	0,008	0,005
» 0.100» 0.300 »	0,007	0,020	0,011	0,030	0,022	0,015

Контроль стабильности результатов определения массовых долей натрия и калия, включая оценку их правильности, осуществляют по ГОСТ Р 53198 раздел 13.

10. Определение золота

Для анализа используют три навески пробы.

Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы по 6.

10.1. Подготовка к анализу экстрактов растворов для построения градуировочного графика

В восемь мерных колб вместимостью 100 $см^3$ каждая, переносят 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 8,0 и 10,0 $см^3$ раствора золота концентрацией 10 $мг/дм^3$ (раствор В). Приливают 50 $см^3$ 1н раствора соляной кислоты и 12 $см^3$ экстрагента метилизобутилкетона (МИБК). Экстрагируют в течение 2 мин., приливают 1н раствор соляной кислоты так, чтобы экстрагент поднялся в горлышко колбы. Конечный объем экстракта равен 10 $см^3$ (с учётом растворимости МИБК в водной фазе).

Массовые концентрации золота в экстрактах градуировочных растворов составляют 0,2; 0,5; 1.0: 2,0; 4,0; 5,0; 8,0 и 10,0 $мг/дм^3$. Градуировочные растворы золота используют в день приготовления.

10.2. Проведение анализа

Навеску пробы массой 2,00 г (при массовой доле золота 0,500 г/т и более) или 5,00 г (при массовой доле золота менее 0,500г/т) помещают в фарфоровый тигель, обжигают в муфельной печи при температуре 600°С в течение 2−4 ч., содержимое тигля переносят в фарфоровую чашку, добавляют 6−8 г аммония фтористокислого, перемешивают и отдымляют в муфельной печи в течение 1 ч при температуре 400−450°С для отгонки фтористого кремния до прекращения выделения белого дыма (отдымление не производят, если массовая доля кремния в анализируемых пробах не превышает 2−3%).

Содержимое чашки переносят в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, ополаскивают чашку смесью соляной и азотной кислот (3:1), приливают 30 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот (3:1), кипятят в течение 20−25 мин под часовым стеклом. Упаривают до объема 1-2 $см^3$ (не пересушивать). Охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают раствор 1н соляной кислоты до середины колбы (50−70 $см^3$). Приливают 12 $см^3$ МИБК. Экстрагируют энергично встряхивая в течение 2 мин, приливают 1н раствор соляной кислоты, чтобы экстракт поднялся в горлышко колбы. Конечный объем экстракта в этом случае равен 10 $см^3$.

При проведении фотометрирования режим работы спектрофотометра устанавливают в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Экстракты растворов сравнения и анализируемых растворов распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя спектрофотометра, регистрируют величину поглощения линий золота при длине волны 242,8 нм. Перед фотометрированием каждого экстракта промывают капилляр и распылительную систему МИБК в течение 5−10 с.

Значение массовой концентрации золота в экстракте находят по градуировочному графику.

Возможно применение в качестве экстрагента 0,1 м раствора сульфидов нефти в толуоле (или одного из индивидуальных сульфидов - дигексилсульфида, дибутилсульфида) при условии получения метрологических характеристик не хуже, чем в таблице 7.

10.3. Обработка результатов

Значение массовой концентрации золота в экстракте находят по градуировочному графику.

Массовую долю золота в цинковом концентрате X, $млн^{-1}$ (г/т), вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V}{m}, \quad \text{где} \qquad (4)$$

C − массовая концентрация золота в экстракте, определенная по градуировочному графику, $мкг/дм^3$;

V − объем полученного экстракта, $см^3$;

m − масса навески пробы, г.

Приемлемость результатов анализа оценивают по ГОСТ Р 53198 раздел 13.

Метрологические характеристики результатов атомно-абсорбционного метода определения золота не должны превышать величин, указанных в таблице 8.

Т а б л и ц а 8 – Метрологические характеристики результатов атомно-абсорбционного метода определения золота при доверительной вероятности P=0,95

В млн$^{-1}$ (г/т)

Массовая доля золота, X	Стандартное отклонение повторяемости, s_r	Предел повторяемости при n=3, r	Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R	Предел воспроизводимости при n=3, R	Предел абсолютной погрешности, ±Δ	Критическое Значение, K
От 0,20 до 0,50 включ.	0,03	0,10	0,04	0,12	0,08	0,05
» 0,50 » 1,00 »	0,09	0,30	0,10	0,33	0,20	0,20
» 1,00 » 2,00 »	0,12	0,40	0,14	0,46	0,28	0,25
» 2,00 » 5,00 »	0,24	0,80	0,25	0,85	0,50	0,45
» 5,00 » 10,00 »	0,61	2,02	0,91	3,00	1,80	1,50

Контроль стабильности результатов анализа, включая оценку их правильности, проводят по ГОСТ Р 53198, раздел 13.

11. Определение серебра

Для анализа используют три навески пробы.

11.1. Проведение анализа

Навеску цинкового концентрата массой 2,00 г (при массовой доле серебра менее 100 г/т) или массой 1,00 г (при массовой доле серебра более 100 г/т) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 20 см^3 азотной кислоты и 3 см^3 брома, оставляют без нагревания под часовым стеклом в течение 30 мин. Затем раствор с осадком нагревают, выпаривают до влажных солей, охлаждают, добавляют 20 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1), растворяют соли под крышкой и вновь выпаривают до влажных солей. Приливают 15 см^3 соляной кислоты, 40–50 см^3 дистиллированной воды и кипятят в течение 2–3 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Аналогично проводят контрольный опыт.

Растворы проб, растворы для построения градуировочного графика и раствор контрольного опыта распыляют в воздушно-ацетиленовом пламени спектрофотометра и измеряют величину поглощения аналитической линии серебра при длине волны 328,0 нм.

Значение массовой концентрации серебра в анализируемом растворе находят по градуировочномуграфику.

11.2. Обработка результатов

Массовую долю серебра *X*, млн$^{-1}$ (г/т), вычисляют по формуле (4).

Приемлемость полученных результатов оценивают по ГОСТ Р 53198, раздел 13.

Метрологические характеристики результатов атомно-абсорбционного метода определения серебра не должны превышать величин, указанных в таблице 9.

Таблица 9 – Метрологические характеристики результатов определения серебра при доверительной вероятности P=0,95

В млн$^{-1}$ (г/т)

Массовая доля серебра, X	Стандартное отклонение повторяемости, Sr	Предел повторяемости при n=3, r	Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R	Предел воспроизводимости при n=3, R	Предел абсолютной погрешности, ±Δ	Критическое значение, K
От 10,0 до 20,0 включ.	1,2	4,0	1,5	5,0	3,0	3,0
Св. 20,0 » 50,0 »	2,4	8,0	3,0	10,0	6,0	5,8
» 50,0 » 100,0 »	3,6	12,0	3,9	13,0	7,8	6,8
» 100,0 » 250,0 »	7	25	8,0	28	16	15
» 250,0 » 600,0 »	15	50	17	55	34	30

Контроль стабильности результатов анализа, включая оценку их правильности, проводят по ГОСТ Р 53198, раздел 13.

12. Определение индия

Атомно-абсорбционный метод определения индия заключается в концентрировании его на гидроксиде железа, растворении осадка гидроксидов, распылении анализируемого раствора в воздушно-ацетиленовое пламя и измерении величины поглощения аналитической линии индия при длине волны 303,9 нм. Для анализа используют две навески пробы.

Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы - по 6.

12.1 Проведение анализа

Навеску цинкового концентрата массой от 0,5 до 2,0 г в зависимости от массовой доли индия помещают в коническую колбу вместимостью 100–250 см^3, смачивают дистиллированной водой, добавляют 0,5–1,0 г аммония фтористого, перемешивают, приливают 10–30 см^3 соляной кислоты и выпаривают до влажного осадка, приливают 15–20 см^3 азотной кислоты и 1–2 см^3 брома, накрывают часовым стеклом и оставляют без нагревания на 2 ч. Часовое стекло снимают и нагревают до удаления избытка брома, приливают 10–20 см^3 соляной кислоты и выпаривают до влажных солей, приливают 10 см^3 соляной кислоты, снова выпаривают до влажных солей, приливают 10 см^3 соляной кислоты и упаривают 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 полученный солянокислый раствор прибавляют 1,0 г аммония хлористого, приливают аммиак до выпадения гидроксидов и еще доливают 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 аммония хлористого массовой долей 2%. Фильтр разворачивают на воронке 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. Раствор охлаждают, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Аналогично проводят контрольный опыт.

Раствор пробы, растворы для построения градуировочного графика и раствор контрольного опыта распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя спектрофотометра и измеряют величину поглощения аналитической линии индия при длине волны 303,9 нм. Значение массовой концентрации индия в анализируемом растворе пробы находят по градуировочному графику.

12.2 Обработка результатов

Массовую долю индия *X*, %, вычисляют по формуле (3).

Приемлемость результатов параллельных определений оценивают по ГОСТ Р 53198, раздел 13.

Метрологические характеристики результатов атомно-абсорбционного метода определения индия не должны превышать величин, указанных в таблице 10.

Таблица 10 – Метрологические характеристики результатов определения индия при доверительной вероятности P=0,95

В процентах

Массовая доля индия	Стандартное отклонение повторяемости, S_r	Предел повторяемости при n=2, r	Стандартное отклонение воспроизводимости и., S_R	Предел воспроизводимости и. при n=2, R	Предел абсолютной погрешности, ±Δ	Критическое значение, K
Св 0,0020 до 0,0050 включ.	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
» 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	0,006

Контроль стабильности результатов анализа, включая оценку их правильности, проводят по пункту 4.4.

13. Определение магния и кальция

Сущность атомно-абсорбционного определения магния и кальция заключается в измерении величины поглощения резонансных линий магния при 285,2 нм и кальция при 422,7 нм. Степень поглощения линий магния и кальция сильно зависит от состава фотометрируемых растворов. Для устранения влияния мешающих определению элементов в раствор необходимо вводить раствор лантана. Для анализа используют две навески пробы.

Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы по пункту 6.

13.1 Проведение анализа

Навеску цинкового концентрата массой 0,1–0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, смачивают 1–2 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 0,1–0,5 г фторида аммония, 10 $см^3$ соляной кислоты и растворяют при слабом нагревании. Затем приливают 2–3 $см^3$ азотной кислоты и продолжают нагревание, упаривая раствор досуха. Приливают 10 $см^3$ соляной кислоты и вновь упаривают досуха.

К сухому остатку приливают 10 $см^3$ соляной кислоты, нагревают 1–2 мин., добавляют 50 $см^3$ горячей воды и кипятят 3–5 мин. До полного растворения солей, приливают 5 $см^3$ раствора хлорида лантана. Охлаждают, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, водой доводят до метки, перемешивают. Аналогично проводят контрольный опыт.

Раствор пробы, растворы для построения градуировочного графика и раствор контрольного опыта распыляют в ацетилен-воздушное пламя и измеряют интенсивности резонансных линий с длинами волн 285,2 и 422,7 нм.

13.2 Обработка результатов

Массовые доли магния и кальция в цинковом концентрате вычисляют по формуле (3)

$$X = \frac{(C - C_{K.O.}) \cdot V}{m} \cdot 10^{-4},$$

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 результатов параллельных определений рассчитывают по ГОСТ Р 53198, раздел 13.

Метрологические характеристики результатов определения магния и кальция не должны превышать величин, указанных в таблице 11.

Таблица 11 – Метрологические характеристики результатов определения магния и кальция в цинковых концентратах при доверительной вероятности P=0,95.

В процентах

Массовая доля магния и кальция	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
От 0,10 до 0,20 включ.	0,01	0,06	0,03	0,07	0,06	0,05
Св. 0,20 » 0,60 »	0,04	0,10	0,04	0,12	0,08	0,06
» 0,60 » 2,00 »	0,07	0,20	0,08	0,22	0,16	0,12
» 2,00 » 5,00 »	0,11	0,30	0,13	0,36	0,26	0,23

Контроль стабильности результатов определения магния и кальция, включая оценку их правильности, проводят по ГОСТ Р 53198, раздел 13.

Библиография

[1] ОСТ 6-12-112-73 Мышьяк металлический особой чистоты

[2] ТУ 48-4-523-90 Окиси редкоземельных металлов: лантана, церия, празеодима, неодима, самария, европия

[3] ТУ 6-09-08-1983-88 Метилизобутилкетон (4-метил-2-пентанон; гексон)

[4] ТУ 95-173-78 Посуда лабораторная фторопластовая.

УДК 622.344.6-15:546.681.06:006.354 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. 2,33. Тираж 39 экз. Зак. 3148.

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