МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ И СВИНЦА

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Ф.М. Мумджи (руководитель темы), **З.С. Септар, И.В. Мартынова, С.А. Балахнина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.10.78 № 2770**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 213—83	Вводная часть	ГОСТ 11884.15—82	1.2,1.3
ГОСТ 859—78	2.1	ГОСТ 22861—93	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1	ГОСТ 25086—87	2.1
ГОСТ 4461—77	2.1	ГОСТ 27329—87	1.1

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1983 г., декабре 1989 г. (ИУС 3—84, 4—90)**

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

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 04.08.99. Подписано в печать 01.09.99. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,37.
Тираж 000 экз. С3575. Зак. 716.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

УДК 622.346.3-15 : 543.06 : 006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

Атомно-абсорбционный метод определения меди и свинца

ГОСТ 11884.14—78

Tungsten concentrate. Determination of copper and lead by atomic-absorption method

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на вольфрамовые концентраты всех марок, предусмотренных ГОСТ 213, и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения содержания меди и свинца при массовой доле их от 0,005 до 0,5 %.

Метод основан на поглощении резонансного излучения линии спектра определяемого элемента в воздушно-пропан-бутановом пламени при распылении в него анализируемого раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329.

1.2. Требования безопасности — по ГОСТ 11884.15.

1.3. Контроль правильности результатов — по ГОСТ 11884.15 или методом добавок — по ГОСТ 25086.

1.4. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

атомно-абсорбционный спектрофотометр Перкин-Элмер 503 или другой аналогичный атомно-абсорбционный спектрофотометр;

кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную 1 : 1;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1 : 1 и раствор с массовой долей 5 % (по объему);

медь марки М0 по ГОСТ 859;

свинец марки С0 по ГОСТ 22861;

стандартные растворы меди:

раствор А, приготовленный следующим образом: 1 г меди помещают в стакан вместимостью 200 $см^3$ и растворяют при нагревании в 20—25 $см^3$ азотной кислоты, раствор выпаривают до объема 2—3 $см^3$, приливают 15 $см^3$ соляной кислоты и вновь выпаривают до 2—3 $см^3$. Выпаривание повторяют еще дважды, прибавляя каждый раз по 5 $см^3$ соляной кислоты. Затем охлаждают и к остатку приливают 50 $см^3$ 5 %-ного (по объему) раствора соляной кислоты, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки той же кислотой и тщательно перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг меди;

раствор Б, приготовленный следующим образом: раствор А разбавляют в 10 раз водой.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,1 мг меди;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

стандартный раствор свинца, приготовленный следующим образом: 1 г свинца помещают в стакан вместимостью 200 см^3 и растворяют в 20—25 см^3 азотной кислоты, раствор выпаривают до объема 2—3 см^3, приливают 15 см^3 соляной кислоты и вновь выпаривают до указанного выше объема. Выпаривание повторяют еще дважды, прибавляя каждый раз по 5 см^3 соляной кислоты. После охлаждения к остатку приливают 250 см^3 соляной кислоты; если при этом появляются кристаллы, то содержимое стакана нагревают до их растворения. Затем раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, приливают еще 250 см^3 той же соляной кислоты, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 1 мг свинца.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 15 см^3 смеси кислот (3 объема соляной и 1 объем азотной кислот) и выпаривают до получения влажного остатка, приливают 5 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают до влажных солей. Затем добавляют 5 см^3 соляной кислоты, 15 см^3 воды и кипятят содержимое стакана до растворения солей. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

3.2. После отстаивания раствор распыляют в воздушно-пропан-бутановое пламя атомно-абсорбционного спектрофотометра и фотометрируют по аналитическим линиям: медь — по 324,7 нм, свинец — по 283,3 нм.

Содержание меди и свинца в фотометрируемом растворе определяют по градуировочным графикам.

3.3. Для построения градуировочных графиков в мерные колбы вместимостью 50 см^3 отмеривают 1, 2, 4, 6, 8 и 10 см^3 стандартного раствора меди Б, в эти же колбы из микробюретки отмеривают 0,1; 0,2; 0,4; 1,0; 2,0 и 4,0 см^3 стандартного раствора свинца, приливают по 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и доливают водой до метки, что соответствует 2, 4, 8, 12, 16 и 20 мг/дм^3 меди и 2, 4, 8, 20, 40 и 80 мг свинца. Далее продолжают, как указано в пп. 3.1 и 3.2.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю меди и свинца (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса меди (свинца), найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески концентрата, г;

1000 · 1000 — коэффициенты пересчета граммов на миллиграммы и литров на миллилитры.

4.2. Максимальные расхождения между результатами параллельных определений и двумя результатами анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_{сх}$) и воспроизводимости ($d_{вс}$), приведенных в таблице.

Массовая доля меди или свинца, %	Допускаемое расхождение, абс. %	
	$d_{сх}$	$d_{вс}$
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,020 »	0,003	0,004
» 0,020 » 0,050 »	0,004	0,005
» 0,050 » 0,100 »	0,008	0,010
» 0,10 » 0,20 »	0,02	0,03
» 0,20 » 0,50 »	0,04	0,05
» 0,50 » 1,00 »	0,08	0,10

(Измененная редакция, Изм. № 2).

gost.e-ecolog.ru