

Изменение № 1 ГОСТ 32221—2013 Концентраты медные. Методы анализа

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 51 от 01.06.2017)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 13273

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AZ, AM, BY, KZ, KG, RU, TJ, UZ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации¹⁾

По всему тексту стандарта заменить слово: «контрольный» на «холостой».

Раздел 2.

Заменить ссылки: ГОСТ 12.0.004—90 на ГОСТ 12.0.004—2015, ГОСТ 859—2001 на ГОСТ 859—2014, ГОСТ 4212—76 на ГОСТ 4212—2016, ГОСТ 4517—87 на ГОСТ 4517—2016, ГОСТ 10157—79 на ГОСТ 10157—2016, ГОСТ 1063—76 на ГОСТ 10163—76,

«ГОСТ 8.010—90 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений*» на «ГОСТ 8.010—2013 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения*»;

ГОСТ 1770—74 дополнить обозначением: (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80);

для ГОСТ 5839—77 в наименовании заменить слово: «щавелевокислый» на «щавелево-кислый»;

для ГОСТ 4462—78 в наименовании заменить слово: «сернокислый» на «серно-кислый»;

ГОСТ 8.315—97 дополнить знаком сноски: **, дополнить сноской:

«** В части приложений Г и Д на территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.753—2011 «Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы материалов (веществ). Основные положения»;

ГОСТ 18300—87 дополнить знаком сноски — *, дополнить сноской:

«* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректифицированный. Технические условия»;

ГОСТ 19790—74 дополнить знаком сноски — *⁵, дополнить сноской:

«*⁵ На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53949—2010 «Селитра калиевая техническая. Технические условия»;

ГОСТ 29329—92 дополнить знаком сноски — *⁶;
дополнить сноской:

«*⁶ На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»;

дополнить ссылками:

«ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректифицированный из пищевого сырья. Технические условия
ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний».

Пункт 4.8 изложить в новой редакции:

«4.8 Допускается применение других средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают приведенным в настоящем стандарте.

¹⁾ Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2018—05—01.

Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в настоящем стандарте».

Пункт 6.3.1. Первый абзац после перечисления «- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;» дополнить перечислением:

«- крышка фарфоровая по ГОСТ 9147»;

второй абзац после перечисления «- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;» дополнить перечислениями:

«- спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ 5962;

- натрий фтористый по ГОСТ 4463».

Подпункт 6.3.4.2. Первый абзац. Заменить значение: «250 см³» на «250 (400) см³»;

двенадцатый абзац. Заменить значение: «100 см³» на «100 (250) см³»;

тринадцатый и четырнадцатый абзацы изложить в новой редакции:

«Допускается растворять прокаленный осадок следующим образом: переносят осадок из тигля в стакан (колбу), в котором проводилось растворение пробы, в тигель приливают от 3 до 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения следов осадка. Раствор из тигля переносят в тот же стакан (колбу), обмывая тигель небольшим количеством воды. Раствор выпаривают до сиропообразного состояния. Приливают 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:100, растворяют соли при слабом нагревании и охлаждают.

Прокаленный осадок оксида меди переносят в стакан (колбу) вместимостью 100 (250) см³, в котором проводилось растворение пробы, следы осадка в тигле растворяют при нагревании в нескольких каплях азотной кислоты, раствор переливают в тот же стакан (колбу), приливают от 5 до 6 см³ смеси кислот № 1 или № 2 и выпаривают почти досуха (должны остаться одна — две капли кислоты). Остаток охлаждают, обмывают стенки колбы или стакана водой и выпаривают раствор до обильного выделения паров серной кислоты».

Подраздел 7.1. После слов «цинка в диапазоне» заменить значение: «от 3 %» на «от 1,00 %».

Подраздел 7.2. Таблица 3. Графа «Диапазон массовой доли цинка». Заменить значения: «От 3,00 до 4,00 включ.» на «От 1,00 до 4,00 включ.»

Подпункт 9.3.4.2. Шестой абзац после слов «магния и алюминия» дополнить ссылками: «по 10.6.2.3 и 11.3.4.5».

Подпункт 9.4.3.2. Первый абзац после слов «раствора Б оксида кремния (IV)» дополнить словами: «, что соответствует 0; 0,02; 0,04; 0,08; 0,12; 0,16 мг оксида кремния (IV),»;

дополнить абзацем:

«Допускается построение градуировочного графика по стандартным образцам медного концентрата с аттестованным значением массовой доли оксида кремния и проведенным через ход анализа по 9.4.4. Содержание оксида кремния в градуировочном растворе C , мг, вычисляют по формуле

$$C = \frac{A m_{\text{co}} V_{\text{ал}} 1000}{V_{\text{к}} 100}, \quad (13a)$$

где m_{co} — масса навески стандартного образца, г;

A — аттестованное значение массовой доли оксида кремния в стандартном образце, %;

$V_{\text{к}}$ — вместимость мерной колбы, см³;

$V_{\text{ал}}$ — объем аликвоты раствора, взятый для приготовления градуировочного раствора, см³;

100 — коэффициент пересчета массовой доли оксида кремния на массу кремния, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы».

Подпункт 9.4.4.3. Второй абзац. Исключить слово: «отфильтрованного».

Подраздел 10.3. Первый абзац после перечисления «- стаканы В-1—100 ТХС, В-1—250 ТХС, В-1—400 ТХС по ГОСТ 25336;» дополнить перечислением:

«- бюретки 1—1—2—25—0,1, 1—1—2—50—0,1 по ГОСТ 29251»;

второй абзац. Перечисление «- соль динатриевую этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водную (трилон Б, комплексон III) по ГОСТ 10652, растворы молярных концентраций 0,025 и 0,05 моль/дм³,». Заменить значение: «и 0,05 моль/дм³» на «0,05 и 0,1 моль/дм³».

Пункт 10.5.2. Второй абзац изложить в новой редакции:

«1 см³ раствора цинка молярной концентрации 0,025 (0,05) моль/дм³ соответствует примерно 0,001274 (0,002548) г оксида алюминия».

Пункт 10.5.3. Заменить значения: «(0,05)» на «(0,05; 0,1)»; «(18,62)» на «(18,62; 37,34)».

Пункт 10.5.7. Наименование. Исключить слова: «молярной концентрации 0,025 моль/дм³»; первый абзац. Заменить значения: «25» на «50»; «0,025» на «(0,025; 0,05)».

Подпункты 10.6.2.1 и 10.6.2.2. Первый абзац. Заменить значения: «от 1 до 2 г» на «от 0,5 до 2 г».

Пункт 10.6.4. Первый абзац. Заменить слова: «Объем раствора не должен превышать от 200 до 250 см³» на «Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Если необходимо, раствор отфильтровывают через сухой фильтр средней плотности в сухой стакан вместимостью 100 см³, отбрасывая первую порцию фильтрата. Отбирают 50 см³ раствора в стакан вместимостью 250 см³»;

второй абзац. Заменить значение: «0,05 моль/дм³» на «0,1 моль/дм³»;

последний абзац. Заменить значение: «0,025 моль/дм³» на «0,025 или 0,05 моль/дм³».

Пункт 10.7.1. Формулу (16) и экспликацию к ней изложить в новой редакции:

$$X = \frac{C_{\text{Al}_2\text{O}_3} V_1 100}{m V_2}, \quad (16)$$

где $C_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ — массовая концентрация раствора цинка по оксиду алюминия, г/см³;

V — объем раствора цинка, израсходованного на титрование трилона Б, вытесненного фторидом и эквивалентного оксиду алюминия, см³;

V_1 — объем мерной колбы, см³;

m — масса навески медного концентрата, г;

V_2 — объем аликвоты раствора, см³;

100 — коэффициент пересчета».

Подраздел 13.3. Второй абзац. Перечисление «- натрия гидроксид (натрия гидроокись) по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 10 г/дм³». Заменить значение: «10 г/дм³» на «100 г/дм³»; перечисление «- аскорбиновую кислоту по [20], раствор массовой концентрации 50 г/дм³» — исключить.

Пункт 13.5.3. Первый абзац после слов «раствора Б» дополнить словами: «, что соответствует 0; 0,01; 0,03; 0,06 и 0,09 мг молибдена».

Пункт 13.6.5. Третий абзац — исключить.

Подраздел 14.3. Первый абзац после перечисления «- рН-метр со стеклянным электродом» дополнить перечислением:

«- автоматический титратор с фотометрической или потенциометрической индикацией конечной точки титрования»;

перечисление «- стаканы В-1—100 ТС, В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336» после обозначения «В-1—250 ТХС» дополнить обозначением: «, В(Н)-1—400»;

перечисление «- бюретки 1—1—2—25—0,1 по ГОСТ 25336» дополнить обозначением: «, 1—1—2—50—0,1»;

второй абзац. Перечисление «- олово двухлористое по [29], раствор» дополнить словами: «массовой концентрации 400 г/дм³»;

перечисление «- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1». Заменить значение: «1:1» на «1:1, 1:9»;

перечисление «- калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, перекристаллизованный и высушенный при температуре от 150 °С до 160 °С, раствор молярной концентрации эквивалента 0,05 моль/дм³». Заменить значение: «0,05 моль/дм³» на «0,025 и 0,05 моль/дм³»;

перечисление «- соль динатриевую этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм³». Заменить значение: «0,05 моль/дм³» на «0,025 (0,05) моль/дм³»;

перечисление «- буферный раствор» дополнить словами: «с уровнем рН от 5,6 до 5,8»;

после перечисления «- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484» дополнить перечислениями:

«- кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552;

- смесь серной и фосфорной (ортофосфорной) кислот: к 450 см³ воды осторожно при перемешивании приливают 150 см³ серной кислоты, смесь охлаждают, затем добавляют при перемешивании 150 см³ ортофосфорной кислоты. Раствор после охлаждения доливают водой до 1 дм³;

- дифениламин-4-сульфофосфорной кислоты натриевая соль (дефиниламинсульфонат натрия), индикатор по техническим условиям [45], водный раствор с массовой концентрацией 0,2 г/дм³;

- ртуть (II) хлористую по техническим условиям [46], раствор массовой концентрации 20 г/дм³».

Пункт 14.5.3 дополнить абзацем (перед первым):

«При приготовлении раствора дихромата калия (калия двуххромовокислого) применяют перекристаллизованную соль. Реактив квалификации «х.ч.» или «ч.д.а.» перекристаллизовывают следующим образом: 100 г двуххромовокислого калия растворяют в 100 см³ воды, нагревая до кипения. Энергично перемешивая, раствор выливают тонкой струей в фарфоровую чашку для получения мелких кристаллов. Охлаждают холодной водой, чашку с раствором и выпавшие кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на воронке с пористой пластинкой, сушат 2—3 ч при температуре от 100 °С до 105 °С, растирают в порошок и окончательно высушивают при температуре от 180 °С до 200 °С в течение 10—12 ч. Реактив квалификации «ч.д.а.» перекристаллизовывают 2 раза»;

первый абзац. Заменить значения: «0,05 моль/дм³» на «0,25 (0,05) моль/дм³», «2,4516 г» на «1,2258 (2,4516) г»;

дополнить абзацами:

«Массовая концентрация раствора двуххромовокислого калия молярной концентрации эквивалента 0,025 моль/дм³, выраженная в граммах железа на см³, равна 0,001396 г/см³.

Срок хранения раствора один год.

Допускается готовить раствор дихромата калия из неперекристаллизованной соли квалификации «х.ч.» или «ч.д.а.» с последующим установлением массовой концентрации раствора по оксиду железа или стандартным образцам медного концентрата, аттестованным на массовую долю.

Стандартные образцы проводят через ход анализа 14.6.

Для этого навеску соли массой 1,23 (2,45) г растворяют в 1000 см³ воды».

Пункт 14.5.8. Наименование изложить в новой редакции:

«14.5.8 Установка массовой концентрации титранта»;

дополнить подпунктами — 14.5.8.4 и 14.5.8.5:

«14.5.8.4 Навеску оксида железа растворяют по 14.5.8.1, далее продолжают анализ по 14.6.3.

14.5.8.5 Массовую концентрацию раствора калия двуххромовокислого C , выраженную в граммах железа на 1 см³, вычисляют по формулам:

$$C = \frac{m \cdot 0,6994}{V}, \quad (32a)$$

где m — масса навески оксида железа, г;

0,6994 — коэффициент пересчета оксида железа на железо;

V — объем раствора калия двуххромовокислого, израсходованный на титрование раствора оксида железа, см³;

$$C = \frac{A m_{\text{со}}}{V \cdot 100}, \quad (32b)$$

где A — аттестованное содержание железа в стандартном образце, %;

$m_{\text{со}}$ — масса навески стандартного образца медного концентрата, г;

V — объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора стандартного образца, см³;

100 — коэффициент пересчета массовой доли железа на г».

Пункт 14.6.2. Четвертый абзац. Заменить слово: «Фильтр» на «Если нерастворимый остаток имеет темный цвет, то фильтр»;

шестой абзац дополнить словами: «Осаждение гидроксидов железа (III) повторяют, как описано выше».

Подраздел 14.6 дополнить пунктами — 14.6.3а и 14.6.3б (перед пунктом 14.6.3):

«14.6.3а Определение конечной точки титрования с дефиниламинсульфонатом натрия

К анализируемому раствору, полученному по 14.6.2, приливают от 80 до 100 см³ горячей воды, перемешивают, нагревая до температуры от 80 °С до 90 °С. В горячий раствор приливают 1 см³ фтористого аммония, раствор марганцевокислого калия до устойчивой желтой окраски, затем осторожно по каплям приливают при перемешивании раствор двуххлористого олова до обесцвечивания раствора и 1—2 капли в избыток. Раствор охлаждают, обмывают стенки колбы водой, приливают от 3 до 5 см³ раствора хлорной ртути и снова перемешивают. Дают отстояться в течение 5 мин до образования небольшого белого осадка хлористой ртути. Если осадок не образуется или его образуется слишком много и если он окрашен в темный цвет металлической ртутью, то анализ следует повторить.

Затем раствор разбавляют водой до 250 — 300 см³, приливают 30 см³ смеси серной и фосфорной кислот, 10 см³ раствора дефиниламинсульфоната натрия и титруют раствором двуххромовокислого калия до перехода зеленой окраски раствора в темно-фиолетовую.

Примечания

1 Допускается потенциометрический способ определения конечной точки титрования (без использования индикатора дефиниламинсульфоната натрия) на потенциометрической установке с парой электродов: платина-насыщенный каломельный, платина-хлорсеребряный до скачка потенциала.

2 Допускается использование автоматических титраторов с фотометрической и (или) потенциометрической индикацией конечной точки титрования.

14.6.36 Порядок выполнения холостого опыта

Для внесения поправки на массу железа в реактивах через все стадии анализа проводят холостой опыт, используя такие же количества всех реактивов, результаты вычитают из результатов определения массовой доли железа».

Подпункт 18.3.4.3 дополнить абзацем:

«Кислотное разложение допускается проводить следующим образом: навеску медного концентрата массой от 0,2 до 0,5 г помещают в стакан (колбу) вместимостью 250 см³, прибавляют 3 г бромистого калия, приливают 15 см³ смеси кислот, накрывают стакан (колбу) часовым стеклом и оставляют без нагревания в течение от 15 до 20 мин. После прекращения бурной реакции раствор нагревают и упаривают. И далее продолжают анализ как указано в 18.3.4.2».

Подраздел 20.1. Заменить слова: «(при массовой доле золота от 1 г/т и выше и серебра свыше 10 г/т)» на «(при массовой доле золота от 0,5 г/т и выше и серебра свыше 10 г/т)»; «(при массовой доле золота от 1 г/т и выше)» на «(при массовой доле золота от 0,1 г/т и выше)».

Пункт 20.3.1. Второй абзац. Первое перечисление дополнить примечанием:

«Примечание — Допускается изготовление капель другого состава, обеспечивающих проведение измерений с установленной погрешностью»;

перечисление «- кислоту серную по ГОСТ 4204 и разбавленную 1:1». Заменить значение: «1:1» на «1:1 и 1:7».

Пункт 20.3.2. Второй абзац. Заменить значение: «до 950 °С» на «до 980 °С».

Подпункт 20.3.4.2. Пятый абзац. Заменить значения: «при температуре 100 °С» на «при температуре от 100 °С до 200 °С»; «при температуре 450 °С» на «при температуре от 450 °С до 550 °С»; «при температуре от 1000 °С до 1100 °С» на «при температуре от 900 °С до 1050 °С»;

исключить слова: «, присоединяют фильтр с остатком и»;

шестой абзац. Заменить значение: «до 950 °С» на «до 980 °С».

Подпункт 20.3.4.3. Первый абзац. Заменить слова: «раствора азотной кислоты, разбавленной 1:4» на «раствора теплой азотной кислоты, разбавленной 1:4 (1:7)»; «раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1» на «раствора теплой азотной кислоты, разбавленной 1:1»; «при температуре от 500 °С до 600 °С» на «при температуре от 450 °С до 550 °С».

Подпункт 20.3.4.6. Таблицу 34 изложить в новой редакции:

«Таблица 34

Наименование компонента	Состав шихты при массовой доле меди, %, до							
	10	15	20	25	30	35	40	Более 40
Навеска концентрата	25	25	20	20	20	15	15	10
Глет окись свинца	40	40	40	160	185	185	185	100
Сода	80	80	80	50	25	25	25	30
Прокаленная бура	30	30	30	20	10	10	10	20
Стекло	—	—	4	10	15	15	15	5
Железная проволока	2 шт.	2 шт.	2 шт.	—	—	—	—	—
Уголь	—	—	2 г	—	—	—	—	—

Примечание — Допускается уточнять массу навески и состав шихты по расчетам предварительной плавки с учетом получения веркблея массой от 30 до 35 г.»;

последний абзац. Заменить слова: «от 950 °С до 1050 °С в течение от 30 до 45 мин» на «от 950 °С до 1150 °С не менее 30 мин до получения спокойной поверхности плава».

Пункт 20.7.10. Заменить слово: «двух» на «трех».

Подраздел 27.3 Первый абзац после перечисления: «- печь электрическую с закрытым нагревательным элементом;» дополнить перечислениями:

- «- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104 с дискретностью 0,0001 г;
- систему для разложения проб типа HotBlock или аналогичную;
- шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева не более 105 °С;
- стаканы В-1—100 ТС по ГОСТ 25336»;

второй абзац после перечисления «- аргон газообразный по ГОСТ 10157;» дополнить перечислениями:

- «- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- стандартные образцы состава раствора ионов: сурьмы, свинца, никеля и кадмия с массовой концентрацией 1 мг/см³ и (или) 0,1 мг/см³, с относительной погрешностью аттестованного значения ($P = 0,95$) не более 1 %;
- кислоту борную по техническим условиям [47], раствор массовой концентрации 40 г/см³».

Подраздел 27.5 дополнить пунктом 27.5.6а (после пункта 27.5.6):

«27.5.6а Приготовление растворов из стандартных образцов состава раствора ионов: сурьмы, свинца, никеля и кадмия с массовой концентрацией 1 мг/см³»

При приготовлении растворов ионов сурьмы, свинца, никеля и кадмия с массовой концентрацией 0,1 мг/см³ в мерные колбы вместимостью 100 (50) см³ каждая помещают по 10 (5) см³ растворов ионов сурьмы, свинца, никеля и кадмия массовой концентрацией 1,0 мг/см³. Доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:6, и перемешивают.

Примечание — Допускается приготовление объединенного раствора Б, для чего в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают аликвоты по 10 см³ растворов А ионов сурьмы, свинца, никеля и кадмия. После каждой аликвоты раствор перемешивают. Затем доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:6, и перемешивают.

Объединенный раствор Б содержит по 0,1 мг каждого элемента в 1 см³».

Пункт 27.5.7 изложить в новой редакции:

«27.5.7 Построение градуировочного графика»

Для построения градуировочных графиков готовят серию градуировочных растворов в зависимости от способа разложения навески пробы.

27.5.7.1 Градуировочные растворы при разложении проб в стаканах

В мерные колбы вместимостью 100 см³ каждая последовательно помещают аликвоты растворов ионов мышьяка, сурьмы, свинца, никеля и кадмия или их объединенные растворы согласно таблице 51, приливают 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

27.5.7.2 Градуировочные растворы при разложении проб в системе HotBlock

В ряд полиэтиленовых или фторопластовых пробирок приливают от 0,5 до 1 см³ воды и кислоты в соответствии с 27.6.2.2, проводят первую стадию нагревания, приливают 10 см³ раствора борной кислоты, проводят вторую стадию нагревания. Растворы из пробирок переливают в ряд мерных колб вместимостью 100 см³. Затем в эти колбы приливают аликвоты растворов компонентов в соответствии с таблицей 51, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 51

Определяемый элемент	Порядковый номер градуировочного раствора	Объем аликвоты раствора Б, см ³ ($C_m = 0,1 \text{ мг/см}^3$)	Массовая концентрация элемента в растворе, мкг/см ³
Мышьяк, сурьма, свинец, никель, кадмий	1	0,5	0,5
	2	1,0	1,0
	3	2,5	2,5
	4	5,0	5,0
	5	10,0	10,0
<p>Примечания</p> <p>1 Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой, однородности анализируемого материала и т. д.</p> <p>2 Допускается выражать концентрацию в градуировочных растворах в массовых долях на определенную навеску и разведение.</p>			

27.5.7.3 Построение градуировочных графиков

а) Включают, настраивают спектрометр и управляющую программу и выполняют процедуру измерения величины аналитического сигнала в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Мощность плазмы, расход аргона, высоту регистрируемой зоны плазмы и другие параметры устанавливают так, чтобы достигнуть оптимальных значений по чувствительности и точности определения элементов.

б) Выполняют не менее двух измерений аналитических сигналов элементов в каждом градуировочном растворе. Для построения градуировочного графика берут среднее арифметическое значение.

Рекомендуемые длины волн для измерения эмиссии указаны в таблице 52.

Таблица 52

Определяемый компонент	Рекомендуемые длины волн, нм	
	Свинец	216,999
Кадмий	214,438	228,802
Никель	305,080	231,604
Мышьяк	189,042	193,759
Сурьма	206,833	217,581

Примечание — Допускается применение других длин волн при условии обеспечения требуемых метрологических характеристик.

в) Построение градуировочных графиков, обработку и хранение результатов градуировки проводят с использованием стандартного программного обеспечения, входящего в комплект спектрометра.

г) Рассчитывают градуировочные графики измеряемых компонентов с помощью программного обеспечения в координатах: «среднее значение интенсивности излучения — концентрация определяемого элемента (мкг/см³ или %)». Полученные градуировочные характеристики для каждого измеряемого элемента сохраняют в памяти управляющей программы и используют при расчете концентраций элементов в анализируемых пробах».

Подраздел 27.6 изложить в новой редакции:

«27.6 Выполнение измерений»

27.6.1 Общие требования к методам анализа и требования безопасности при выполнении анализов — в соответствии с разделами 4 и 5.

27.6.2 Разложение навески медного концентрата

Рекомендуемые масса навески и объем разбавления указаны в таблице 53.

Таблица 53

Массовая доля компонента, %	Масса навески, г	Объем разбавления, см ³	Объем аликвоты, см ³	Объем разбавления, см ³
От 0,01 до 0,2 включ.	0,5	100	Без разбавления	—
Св. 0,02 » 0,5 »	0,2	100	Без разбавления	—
» 0,05 » 1,0 »	0,1	100	Без разбавления	—
» 0,2 » 5,0 »	0,1	100	10,0	50

Примечания
1 Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности прибора, однородности анализируемого материала и т.д.
2 Масса навески анализируемого материала определяется концентрацией компонента с наименьшей массовой долей.

27.6.2.1 Разложение в стаканах

Навеску медного концентрата массой от 0,1 до 0,5 г (таблица 53) помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 250 см³, смачивают от 0,5 до 1 см³ воды, приливают от 10 до 15 см³ азотной

кислоты, затем от 10 до 15 см³ соляной кислоты, выдерживают «на холоду» до прекращения бурной реакции. После прекращения бурной реакции стакан (колбу) ставят на плиту, нагревают до растворения навески. Затем выпаривают раствор при умеренном нагревании до влажных солей. Приливают 5 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают раствор до влажных солей. Стакан охлаждают, приливают 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, от 10 до 15 см³ воды и нагревают до растворения солей.

Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доливают водой до объема и перемешивают.

Примечание — При необходимости раствор фильтруют в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

27.6.2.2 Разложение в системе HotBlock

В полиэтиленовую или тефлоновую пробирку системы HotBlock помещают навеску пробы массой от 0,1 до 0,5 г (таблица 53). Смачивают от 0,5 до 1 см³ воды, приливают кислоты: 2 см³ азотной кислоты, 8 см³ соляной кислоты и 1 см³ фтористоводородной кислоты. Выдерживают «на холоду» до прекращения бурной реакции.

Затем закрывают крышкой и выполняют первую стадию разложения: устанавливают пробирку в ячейку HotBlock, задают температуру 95 °С и выдерживают при этой температуре от 45 до 60 мин до растворения навески.

По окончании первой стадии пробирку с раствором вынимают из ячейки системы разложения и охлаждают до комнатной температуры. Снимают крышку и приливают 10 см³ раствора борной кислоты. Пробирку накрывают крышкой и выдерживают раствор в ячейке HotBlock от 20 до 30 мин. Затем пробирку вынимают из ячейки, охлаждают до комнатной температуры, приливают от 15 до 20 см³ воды и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Примечание — При необходимости раствор фильтруют в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

27.6.3 Для внесения поправки на массовую долю мышьяка, сурьмы, свинца, никеля и кадмия в реактивах через все стадии анализа проводят холостой опыт.

27.6.4 Измерение выполняют в соответствии с 27.5.7.3 (а,б)

Выполняют не менее двух измерений аналитических сигналов элементов в каждом анализируемом растворе. Для расчета берут среднеарифметическое значение аналитического сигнала.

Рекомендуемые длины волн для измерения эмиссии указаны в таблице 52».

Подраздел 27.7 дополнить пунктами — 27.7.4 и 27.7.5:

«27.7.4 Обработку и хранение результатов измерений массовой концентрации определяемого элемента в пробе медного концентрата проводят с использованием программного обеспечения, входящего в комплект спектрометра. Результаты измерений массовой доли определяемых элементов с учетом массы навески и разведения сохраняются в рабочей программе ИСП-спектрометра, выводятся на экран монитора, могут быть распечатаны на бумажный носитель или сохранены в другом файле.

27.7.5 Если результат измерений анализируемого раствора выдается программным обеспечением в виде массовой концентрации определяемого элемента (мкг/см³), то массовую долю определяемого элемента в пробе, X, %, вычисляют, как указано в 27.7.1».

Элемент «Библиография». Позиция [3]. Заменить ссылку: РМГ 76—2004 на РМГ 76—2014; позиции [3], [7] и [14] изложить в новой редакции:

- | | | |
|------|--|--|
| «[3] | ГОСТ Р ИСО 7870-2—2015** | Статистические методы. Контрольные карты. Часть 2. Контрольные карты Шухарта |
| [7] | Федеральный закон от 22 июля 2008 г. № 123-ФЗ «Технический регламент о требованиях пожарной безопасности** | |
| [14] | Свод правил СП 44.13330.2011** | СНиП 2.09.04—87 Административные и бытовые здания. Актуализированная редакция; |

дополнить позициями [45], [46], [47]:

- | | | |
|-------|--|--|
| «[45] | Технические условия ТУ 6-09-07-1637—87 | Натрия N-фенилсульфанилат, индикатор, чистый для анализа |
| [46] | Технические условия ТУ 2624-001-48438881—98 с изменением № 1 | Ртуть (II) хлористая |

[47] Технические условия Кислота борная. Особой чистоты»;
ТУ КОМП 3-091—09

исключить сноску:

«*На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 50779.42—99 «Статистические методы. Контрольные карты Шухарта».

(ИУС № 12 2017 г.)