

Изменение № 3 ГОСТ 14047.2—78 Концентраты свинцовые. Полярографические и комплексонометрический методы определения меди и цинка и атомно-абсорбционный метод определения цинка

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.06.89 № 1923

Дата введения 01.01.90

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Концентраты свинцовые. Полярографические, комплексонометрический и атомно-абсорбционный методы определения меди и цинка»

«Determination of copper and zinc by polarographic, complexometric and atomic absorption methods».

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слова: «цинка до 5 %» на «меди и цинка до 5 %»; второй абзац исключить.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: СТ СЭВ 314—76 на ГОСТ 27329—87.

Пункт 1.2 изложить в новой редакции: «1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов состава свинцового концентрата, методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных по разным методикам, приведенным в настоящем стандарте, не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе.

Контроль правильности результатов анализа по стандартным образцам проводят одновременно с анализом проб путем воспроизведения содержания определяемого компонента в стандартном образце. При этом содержание определяемого компонента в стандартном образце и анализируемой пробе не должно отличаться более чем в два раза.

Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений принимают за воспроизведенное содержание определяемого компонента в стандартном образце.

Расхождения между результатами параллельных определений при анализах стандартного образца не должны превышать допустимых.

Результаты анализа проб считаются правильными, если воспроизведенное содержание определяемого компонента в стандартном образце отличается от аттестованной характеристики не более чем на половину допустимого расхождения между результатами параллельных определений.

Контроль правильности результатов анализа методом добавок осуществляют нахождением содержания определяемого компонента в концентрате после добавления аликвотной части стандартного раствора определяемого компонента к пробе до проведения анализа.

Величину добавки (объем стандартного раствора) выбирают таким образом, чтобы она составляла 50—100 % содержания анализируемого компонента в пробе.

Среднее арифметическое результатов параллельных определений принимают за содержание данного компонента в пробе с добавкой.

Расхождения между результатами параллельных определений в пробе с добавкой не должны превышать допустимых.

Найденную величину добавки рассчитывают как разность между содержанием определяемого компонента в пробе ( $C_{п+д}$ ) и результатами анализа пробы ( $C_{п}$ ).

Результаты анализа считаются правильными, если найденная величина добавки отличается от введенной ее величины не более чем на

$$0,5\sqrt{d_{п}^2+d_{п+д}^2},$$

где  $d_{п}$  и  $d_{п+д}$  — допустимые расхождения результатов параллельных определений в пробе и в пробе с добавкой.

(Продолжение см. с. 38)

(Продолжение изменения к ГОСТ 14047.2—78)

При контроле правильности сопоставлением результатов анализа, полученных по разным методикам, приведенным в настоящем стандарте, результаты считаются правильными, если разность (по модулю) между результатами основного и контрольного методов не превышает величины

$$0,5\sqrt{d_1^2+d_2^2},$$

где  $d_1$  и  $d_2$  — допускаемые расхождения между результатами параллельных определений основного и контрольного методов соответственно.

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.3: «1.3. Допускается применение методов анализа, не уступающих по точности изложенным в настоящем стандарте».

Пункт 2.1.1. Второй абзац. Заменить слова: «типа ППТ-1» на «любой марки»; седьмой абзац. Заменить слова: «гидразин солянокислый» на «гидразин дигидрохлорид»;

дополнить абзацем (после восьмого): «натрий фосфорноватистокислый (гипофосфит натрия) по ГОСТ 200—76»;

одинадцатый абзац. Заменить слова: «цинк гранулированный по ГОСТ 989—75» на «цинк по ГОСТ 3640—79»;

тринадцатый абзац. Заменить слова: «солянокислого гидразина» на «гидразина дигидрохлорида или 50 г гипофосфита натрия».

Пункт 2.1.2.1. Первый абзац. Заменить слова: «массой 1,0 г» на «массой 1,0000 г».

Пункт 2.1.3.2 изложить в новой редакции: «2.1.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и допускаемое расхождение между результатами анализа при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать величины, указанной в табл. 2 при определении меди, и в табл. 2а — при определении цинка.

%

Таблица 2

Массовая доля меди	Допускаемое расхождение между		Массовая доля меди	Допускаемое расхождение между	
	параллельными определениями	результатами анализа		параллельными определениями	результатами анализа
От 1,0 до 0,2	0,03	0,04	Св. 3 до 10	0,15	0,20
Св. 0,2 » 0,4	0,04	0,06	» 10 » 20	0,20	0,25
» 0,4 » 1	0,05	0,07	» 20 » 25	0,25	0,35
» 1 » 3	0,10	0,14			

Таблица 2а

%

Массовая доля цинка	Допускаемое расхождение между		Массовая доля цинка	Допускаемое расхождение между	
	параллельными определениями	результатами анализа		параллельными определениями	результатами анализа
От 0,2 до 0,5	0,03	0,04	Св. 3 до 7	0,25	0,30
Св. 0,5 » 1	0,06	0,08	Св. 7 » 9	0,30	0,35
» 1 » 2	0,08	0,10	» 9 » 12	0,35	0,40
» 2 » 3	0,15	0,20	» 12 » 25	0,40	0,45

(Продолжение см. с. 39)

Пункт 2.2.1. Второй абзац. Заменить слова: «типа ППТ-1» на «любой марки»;  
десятый абзац. Заменить слова: «железо хлорное» на «железо треххлористое  
6-водное»;

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «натрий сернистоокислый 7-водный по  
ГОСТ 429—76» на «сульфат натрия кристаллический».

тринадцатый абзац. Заменить слова: «цинк гранулированный по ГОСТ  
989—75» на «цинк по ГОСТ 3640—79»;

двадцатый абзац. Заменить слова: «сернистоокислого натрия» на «сульфита на-  
трия».

Пункт 2.2.2.1. Первый абзац. Заменить слова: «массой 0,2 г» на «массой  
0,2000 — 0,5000 г»;

второй абзац. Заменить слова: «хлорного железа» на «треххлористого же-  
леза», «сернистого натрия» на «сульфита натрия».

Пункт 3.1. Третий абзац. Исключить слова: «по ГОСТ 6616—74»;

семнадцатый абзац. Заменить слова: «натрий серноватистоокислый (тиосуль-  
фат натрия)» на «натрия тиосульфат кристаллический»;

двадцатый абзац. Исключить слова: «по ГОСТ 10816—64»;

Пункт 3.2.1. Заменить слова: «массой 0,5—1,0 г» на «массой 0,5000—  
—1,0000 г».

Раздел 4. Наименование. Заменить слово: «цинка» на «меди и цинка»;

первый абзац. Заменить слова: «аналитической линии цинка 213,9 нм» на  
«аналитических линий меди 324,8 нм и цинка 213,9 нм».

Пункт 4.1 изложить в новой редакции: «4.1. Аппаратура, реактивы  
и растворы

Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр атомно-абсорбционный любой марки с источником излуче-  
ния для меди и цинка;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и растворы 1:1 и 1:5;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;

медь по ГОСТ 859—78;

цинк по ГОСТ 3640—79;

стандартные растворы;

раствор А меди; готовят следующим образом: 1,0000 г меди растворяют при  
нагревании в 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную  
колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавляют  
водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг меди;

раствор Б меди; готовят следующим образом: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят  
в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешива-  
ют.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,1 мг меди;

раствор В цинка; готовят следующим образом: 1,0000 г цинка растворяют  
при слабом нагревании в 40 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:1. Раствор охлаж-  
дают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до  
метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 1 мг цинка;

раствор Г меди и цинка; готовят следующим образом: 5 см<sup>3</sup> растворов А и  
В переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки  
и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Г содержит по 0,05 мг меди и цинка;

раствор Д меди и цинка; готовят следующим образом: 40 см<sup>3</sup> раствора Г  
переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и  
перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Д содержит по 0,02 мг меди и цинка.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску свинцового концентрата массой 0,2000 г (1,0000 г при массо-  
вой доле меди  $\leq 0,05\%$ ) помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Приливают  
15 см<sup>3</sup> (30 см<sup>3</sup>) соляной кислоты и 5 см<sup>3</sup> (10 см<sup>3</sup>) азотной кислоты, нагревают

(Продолжение см. с. 40)

и выпаривают досуха. Добавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>. Доливают до метки водой и перемешивают.

При содержании меди и цинка более 1 % поступают следующим образом: для определения меди аликвотную часть раствора, равную 20 см<sup>3</sup>, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:5, доводят до метки водой и перемешивают; для определения цинка аликвотную часть раствора, равную 10 см<sup>3</sup>, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 25 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:5, доводят до метки водой и перемешивают.

При содержании меди и цинка менее 1 % для анализа используют весь раствор пробы.

Измеряют поглощение аналитических линий меди 324,8 нм и цинка 213,9 нм в окислительном пламени ацетилен-воздух в анализируемых и градуировочных растворах.

4.3. Для построения градуировочного графика в 9 мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> отмеривают последовательно 2,0; 3,0; 5,0 и 7,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора Д, 6,0 и 8,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Г и 6,0; 8,0 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,4; 0,6; 1,0; 1,5; 3,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 мг/дм<sup>3</sup> меди и 0,4; 0,6; 1,0; 1,5; 3,0 и 4,0 мг/дм<sup>3</sup> цинка (в колбах № 1—6). Добавляют в каждую колбу по 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1:5, доливают водой до метки и перемешивают. По результатам поглощения строят градуировочный график в координатах: концентрация меди или цинка в растворе — поглощение аналитической линии меди или цинка.

#### 4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю меди или цинка ( $X_3$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{B \cdot V}{m \cdot 10000} ,$$

где  $B$  — концентрация меди или цинка в растворе, найденная по градуировочному графику, мг/дм<sup>3</sup>;

$V$  — объем мерной колбы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески концентрата, г.

4.4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и между результатами анализа при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать величины, указанной в табл. 2 и 2а».

(ИУС № 10 1989 г.)