

КОНЦЕНТРАТ ВОЛЬФРАМОВЫЙ

АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ
МЕДИ И СВИНЦА

Издание официальное

Б3 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Ф.М. Мумджи (руководитель темы), З.С. Сентар, 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. Камуркина
 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, Коломенский пер., 14.
 Набрано в Издательстве на ПЭВМ
 Филиал ИПК Издательство стандартов – тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
 Пар № 080102

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

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 см³ и растворяют при нагревании в 20—25 см³ азотной кислоты, раствор выпаривают до объема 2—3 см³, приливают 15 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают до 2—3 см³. Выпаривание повторяют еще дважды, прибавляя каждый раз по 5 см³ соляной кислоты. Затем охлаждают и к остатку приливают 50 см³ 5 %-ного (по объему) раствора соляной кислоты, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки той же кислотой и тщательно перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 1 мг меди;
 - раствор Б, приготовленный следующим образом: раствор А разбавляют в 10 раз водой.
 - 1 см³ раствора А содержит 0,1 мг меди;

С. 2 ГОСТ 11884.14—78

стандартный раствор свинца, приготовленный следующим образом: 1 г свинца помещают в стакан вместимостью 200 см³ и растворяют в 20—25 см³ азотной кислоты, раствор выпаривают до объема 2—3 см³, приливают 15 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают до указанного выше объема. Выпаривание повторяют еще дважды, прибавляя каждый раз по 5 см³ соляной кислоты. После охлаждения к остатку приливают 250 см³ соляной кислоты; если при этом появляются кристаллы, то содержимое стакана нагревают до их растворения. Затем раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, приливают еще 250 см³ той же соляной кислоты, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1 мг свинца.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентратов массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 15 см³ смеси кислот (3 объема соляной и 1 объем азотной кислот) и выпаривают до получения влажного остатка, приливают 5 см³ соляной кислоты и снова выпаривают до влажных солей. Затем добавляют 5 см³ соляной кислоты, 15 см³ воды и кипятят содержимое стакана до растворения солей. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 50 см³, 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 см³ отмеривают 1, 2, 4, 6, 8 и 10 см³ стандартного раствора меди Б, в эти же колбы из микробюретки отмеривают 0,1; 0,2; 0,4; 1,0; 2,0 и 4,0 см³ стандартного раствора свинца, приливают по 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и доливают водой до метки, что соответствует 2, 4, 8, 12, 16 и 20 мг/дм³ 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/дм³;

V — объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески концентратов, г;

1000 · 1000 — коэффициенты пересчета граммов на миллиграмммы 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_{cx}) и воспроизводимости (d_{av}), приведенных в таблице.

Массовая доля меди или свинца, %	Допускаемое расхождение, абс. %	
	d_{cx}	d_{av}
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).