

Изменение № 2 ГОСТ 14048.3—78 Концентраты цинковые. Метод определения меди, свинца и кадмия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 11.03.91 № 226

Дата введения 01.08.91

Наименование стандарта. Заменить слово: «Метод» на «Методы», «Method» на «Methods».

Под наименованием стандарта заменить код: ОКСТУ 1721 на ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицу: л на дм^3 .

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на цинковые концентраты всех марок и устанавливает полярографический и атомно-абсорбционный методы определения массовой доли меди — от 0,05 до 3,5 %, свинца — от 0,05 до 5 % и кадмия — от 0,1 до 1 %;

второй абзац. Заменить слово: «Метод» на «Полярографический метод»; дополнить абзацем: «Атомно-абсорбционный метод основан на измерении поглощения резонансного излучения линий меди, свинца, кадмия в пламени ацетилен-воздух при распылении в него анализируемых растворов и растворов сравнения»;

третий абзац исключить.

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

Пункты 1.2, 1а.1 изложить в новой редакции: «1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов, методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных по разным стандартизованным или стандартизованной и аттестованной методикам, не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе в соответствии с ГОСТ 14048.2—78.

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 25363—82 с дополнениями: при проведении анализа используются реактивы, оказывающие вредное воздействие на организм человека: кислоты, аммиак, дигидрохлорид гидразина, сернистокислый натрий, кадмий, медь, свинец и их соединения, ртуть. При работе с названными веществами необходимо руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в нормативно-технической документации на их изготовление и применение;

(Продолжение см. с. 24)

(Продолжение изменения к ГОСТ 14048.3—78)

содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны (паров кислот, аммиака, ртути, сероводорода, аэрозолей реактивов), выделяющихся в ходе анализа, не должно превышать предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005—88; контроль следует осуществлять по методическим указаниям, утвержденным Минздравом СССР, или по методикам, соответствующим ГОСТ 12.1.016—79;

выполнение анализов с использованием ртути должно производиться в соответствии с санитарными правилами проектирования, эксплуатации и содержания производственных лабораторных помещений, предназначенных для проведения работ с ртутью, ее соединениями и приборами с ртутным заполнением, утвержденными Минздравом СССР».

После раздела 1а дополнить наименованием: «Полярографический метод»;

Пункт 2.1. Второй абзац. Исключить слова: «переменного тока типа ППТ-1 или полярограф осциллографический типа ПО-5122»;

пятнадцатый, двадцать шестой абзацы. Заменить слова: «гидразин солянокислый» на «гидразин дигидрохлорид»;

пятнадцатый абзац дополнить словами: «или натрий фосфорноватистокислый (гипофосфит натрия) по ГОСТ 200—76»;

шестнадцатый абзац. Заменить слово: «хлорное» на «треххлористое»;

восемнадцатый абзац изложить в новой редакции: «натрий сернистокислый по ГОСТ 195—77, насыщенный раствор»;

двадцать первый, двадцать третий абзацы изложить в новой редакции: «кадмий марки Кд0 по ГОСТ 1467—77»;

свинец марки С0 по ГОСТ 3778—77»;

двадцать шестой абзац после слова «гидразина» дополнить словами: «или 50 г гипофосфита натрия»;

сорок третий абзац. Заменить слово: «хлорного» на «треххлористого».

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова: «массой 0,25 г» на «массой 0,2500 или 0,5000 г (в зависимости от массовой доли меди и свинца)».

Пункт 3.2. Первый абзац. Заменить слова: «массой 0,25 или 0,5 г» на «массой 0,2500 или 0,5000 г»;

Таблица 1. Головка. Заменить слово: «количество» на «объем».

Таблица 2. Головка. Заменить обозначение: $FeCl$ на $FeCl_3$ (2 раза).

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероят-

(Продолжение см. с. 25)

ностью $P=0,95$ не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 3.

Т а б л и ц а 3

Массовая доля меди, свинца или кадмия, %	Допускаемые расхождения параллельных определений, %		Допускаемые расхождения результатов анализа, %	
	медь, свинец	кадмий	медь, свинец	кадмий
От 0,05 до 0,10 включ.	0,01	—	0,02	—
Св. 0,10 » 0,20 »	0,02	0,02	0,03	0,03
» 0,20 » 0,40 »	0,04	0,04	0,05	0,05
» 0,40 » 1,00 »	0,06	0,06	0,08	0,08
» 1,0 » 3,0 »	0,1	—	0,2	—
» 3,0 » 5,0 »	0,2	—	0,3	—

Стандарт дополнить разделом — 5:

«5. Атомно-абсорбционный метод

5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа применяют:

атомно-абсорбционный спектрофотометр;

воздух, сжатый под давлением $2 \cdot 10^5$ — $6 \cdot 10^5$ Па (2—6 атм), в зависимости от используемой аппаратуры;

ацетилен по ГОСТ 5457—75;

колбы конические или стаканы по ГОСТ 25336—82 вместимостью 250 см³;

колбы мерные с одной меткой не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74 вместимостью 100, 200, 250, 500 и 1000 см³;

пипетки по ГОСТ 20292—74 вместимостью 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 и

50,0 см³, не ниже 2-го класса точности;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77, разбавленную 1:1 и 1:3;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1:1;

кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484—78;

смесь фтористоводородной и соляной кислот в отношении 1:15;

бром по ГОСТ 4109—79;

медь марки МО по ГОСТ 859—78;

свинец марки СО по ГОСТ 3778—77;

кадмий марки КдО по ГОСТ 1467—77;

стандартный раствор А: 1,0000 г меди растворяют при нагревании в 40 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 1 мг меди;

стандартный раствор Б: 1,0000 г свинца в виде стружки растворяют при нагревании в 40 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 2 мг свинца;

стандартный раствор В: 1,0000 г кадмия растворяют при нагревании в 15 см³ азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора В содержит 1 мг кадмия;

стандартный раствор Г: в мерную колбу вместимостью 100 см³ отмеривают пипеткой по 10,0 см³ растворов А, Б и В, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора Г содержит 200 мкг свинца, по 100 мкг меди и кадмия;

(Продолжение см. с. 26)

стандартный раствор Д: 10,0 см³ раствора Г переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора Д содержит 20 мкг свинца, по 10 мкг меди и кадмия;

растворы сравнения меди, свинца и кадмия, содержащие от 0,5 до 200 мкг/см³ определяемых элементов: в мерные колбы вместимостью 100, 200, 250 см³ отмеривают пипетками стандартные растворы А, Б, В, Г и Д согласно табл. 4, приливают на каждые 100 см³ раствора по 7,5 см³ соляной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Таблица 4

Объем стандартного раствора, см ³			Вместимость мерной колбы для разбавления, см ³	Объем соляной кислоты, см ³	Концентрация в растворе, мкг/см ³	
А, Б, В	Г	Д			свинца	меди, кадмия
		5	100	7,5	1	0,5
		10	100	7,5	2	1
		25	100	7,5	5	2,5
	10	—	200	15	10	5
	20	—	200	15	20	10
5	—	—	250	11	40	20
10	—	—	250	11	80	40
10	—	—	200	15	100	50
15	—	—	200	15	150	75
20	—	—	200	15	200	100

5.2. Проведение анализа

Навеску цинкового концентрата массой 0,2000—1,0000 г (в зависимости от массовой доли свинца, кадмия и меди) помещают в коническую колбу или стакан вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ смеси кислот и нагревают в течение 10—15 мин. Затем прибавляют 10 см³ азотной кислоты. Если в растворе образуются корольки элементарной серы, приливают 2—3 см³ брома, закрывают колбу шариком или часовым стеклом и оставляют на теплом месте на 20—30 мин.

Раствор выпаривают досуха, добавляют 10 см³ соляной кислоты и выпаривание повторяют. К сухому остатку приливают 40 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают в течение 5—10 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Анализируемые растворы и растворы сравнения распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют атомную абсорбцию при длинах волн:

свинца — 217,0 или 283,3 нм;

кадмия — 228,8 нм;

меди — 324,7 нм.

Условия измерения подбирают в зависимости от типа используемого прибора. На приборах, имеющих режим работы «концентрация», работают в этом режиме, получая на табло результаты в мкг/см³. Если приборы работают в режиме «поглощение», то для определения концентрации свинца, меди и кадмия используют градуировочный график или метод «ограничивающих растворов». Метод «ограничивающих растворов» заключается в получении отсчетов для раствора пробы и двух растворов сравнения, один из которых дает меньший, другой больший отсчет по сравнению с отсчетом для раствора пробы.

Если измерение проводят с записью на самопишущем потенциометре, то линейкой измеряют длину пиков в миллиметрах и строят градуировочный гра-

(Продолжение см. с. 27)

(Продолжение изменения к ГОСТ 14048.3—78)

Фикс в координатах: концентрация определяемого элемента в растворе в мкг/см³ — длина пика в мм. При измерении величины поглощения линии определяемого элемента по стрелочному прибору градуировочный график строят в координатах: концентрация определяемого элемента мкг/см³ — показания стрелочного прибора.

5.3. Обработка результатов

5.3.1. Массовую долю свинца, меди или кадмия (X) в процентах вычисляют по формуле

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

(Продолжение см. с. 28)

(Продолжение изменения к ГОСТ 14048.3—78)

где C — концентрация определяемого элемента в анализируемом растворе пробы, мкг/см^3 , найденная по градуировочному графику или полученная другими способами по п. 5.2;

V — вместимость мерной колбы для разбавления раствора пробы, см^3 ;

m — масса навески пробы, г.

5.3.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P=0,95$ не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 3».

(ИУС № 6 1991 г.)