

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 см³ азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную
колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 10 см³ азотной кислоты, разбавляют
водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг меди;

раствор Б меди; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А переносят
в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешива-
ют.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг меди;

раствор В цинка; готовят следующим образом: 1,0000 г цинка растворяют
при слабом нагревании в 40 см³ раствора соляной кислоты 1:1. Раствор охлаж-
дают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до
метки и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 1 мг цинка;

раствор Г меди и цинка; готовят следующим образом: 5 см³ растворов А и
В переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки
и перемешивают.

1 см³ раствора Г содержит по 0,05 мг меди и цинка;

раствор Д меди и цинка; готовят следующим образом: 40 см³ раствора Г
переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и
перемешивают.

1 см³ 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 см³. Приливают
15 см³ (30 см³) соляной кислоты и 5 см³ (10 см³) азотной кислоты, нагревают

(Продолжение см. с. 40)

и выпаривают досуха. Добавляют 5 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³. Доливают до метки водой и перемешивают.

При содержании меди и цинка более 1 % поступают следующим образом: для определения меди аликвотную часть раствора, равную 20 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты 1:5, доводят до метки водой и перемешивают; для определения цинка аликвотную часть раствора, равную 10 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 25 см³ 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 см³ отмеривают последовательно 2,0; 3,0; 5,0 и 7,5 см³ стандартного раствора Д, 6,0 и 8,0 см³ стандартного раствора Г и 6,0; 8,0 и 10,0 см³ 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/дм³ меди и 0,4; 0,6; 1,0; 1,5; 3,0 и 4,0 мг/дм³ цинка (в колбах № 1—6). Добавляют в каждую колбу по 10 см³ 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/дм³;

V — объем мерной колбы, см³;

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.)