

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

Издание официальное

БЗ 1—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Ф.М. Мумджи (руководитель темы), З.С. Септар, 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,<br>на который дана ссылка | Номер пункта  | Обозначение НТД,<br>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. Кануркина*  
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, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. “Московский печатник”, Москва, Лялин пер., 6.  
Плр № 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 methodОКСТУ 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 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 20—25 см<sup>3</sup> азотной кислоты, раствор выпаривают до объема 2—3 см<sup>3</sup>, приливают 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты и вновь выпаривают до 2—3 см<sup>3</sup>. Выпаривание повторяют еще дважды, прибавляя каждый раз по 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Затем охлаждают и к остатку приливают 50 см<sup>3</sup> 5 %-ного (по объему) раствора соляной кислоты, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки той же кислотой и тщательно перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг меди;
    - раствор Б, приготовленный следующим образом: раствор А разбавляют в 10 раз водой. 1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,1 мг меди;

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

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 1 мг свинца.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску концентрата массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 15 см<sup>3</sup> смеси кислот (3 объема соляной и 1 объем азотной кислот) и выпаривают до получения влажного остатка, приливают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и снова выпаривают до влажных солей. Затем добавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 15 см<sup>3</sup> воды и кипятят содержимое стакана до растворения солей. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> отмеривают 1, 2, 4, 6, 8 и 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора меди Б, в эти же колбы из микробюретки отмеривают 0,1; 0,2; 0,4; 1,0; 2,0 и 4,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора свинца, приливают по 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и доливают водой до метки, что соответствует 2, 4, 8, 12, 16 и 20 мг/дм<sup>3</sup> 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 = (m1 · V · 100) / (m · 1000 · 1000) ,

где m1 — масса меди (свинца), найденная по градуировочному графику, мг/дм<sup>3</sup>;  
V — объем анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;  
m — масса навески концентрата, г;

1000 · 1000 — коэффициенты пересчета граммов на миллиграммы 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 (dсх) и воспроизводимости (dвс), приведенных в таблице.

| Массовая доля меди или свинца, % | Допускаемое расхождение, абс. % |       |
|----------------------------------|---------------------------------|-------|
|                                  | dсх                             | dвс   |
| 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).