

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ, СВИНЦА И КАДМИЯ

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

Методы определения меди, свинца и кадмия

ГОСТ
14048.3—78

Zinc concentrates.

Methods for determination of copper, lead, cadmium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

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 %.

Полярографический метод основан на полярографировании меди, свинца и кадмия в кислой натриево-хлоридной среде. При соотношении свинца к меди в концентрате более 5:1 медь (и кадмий) определяют в аммонийно-аммиачной среде.

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.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 25363 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;

— 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; контроль следует осуществлять по методическим указаниям, утвержденным Минздравом СССР, или по методикам, соответствующим ГОСТ 12.1.016;

— 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.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

2. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Для проведения анализа применяют:

- полярграф;
 - весы лабораторные рычажные по ГОСТ 24104;
 - весы настольные гирные или циферблатные по ГОСТ 8.453;
 - колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336;
 - приборы мерные лабораторные стеклянные;
 - бюретки и пипетки по НТД;
 - цилиндры и колбы мерные стеклянные по ГОСТ 1770;
 - кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную 1:1 и 1:3;
 - кислоту бромистоводородную по ГОСТ 2062;
 - кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:20;
 - кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;
 - аммиак водный по ГОСТ 3760;
 - аммоний хлористый по ГОСТ 3773;
 - гидразин дигидрохлорид по ГОСТ 22159 или натрий фосфорноватисто-кислый (гипофосфит натрия) по ГОСТ 200;
 - железо треххлористое, 6-водное по ГОСТ 4147, раствор 50 г/дм³, готовят на разбавленной 1:20 соляной кислоте;
 - калий бромистый по ГОСТ 4160, раствор 40 г/дм³;
 - натрий сернистокислый по ГОСТ 195, насыщенный раствор;
 - натрий хлористый по ГОСТ 4233;
 - желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 20 г/дм³, свежеприготовленный;
 - кадмий марки Кд0 по ГОСТ 1467;
 - медь марки М0 по ГОСТ 859;
 - свинец марки С0 по ГОСТ 3778;
 - ртуть по ГОСТ 4658;
 - хлоридный раствор; готовят следующим образом: в склянку вместимостью 2 дм³ помещают 400 г хлористого натрия, 10 см³ соляной кислоты, доливают водой до объема 2 дм³ и перемешивают до растворения соли;
 - электролит фоновый; готовят следующим образом:
 - для полярографирования в натриево-хлоридной среде в бутылку вместимостью 10 дм³ помещают 2 кг хлористого натрия, 100 г гидразина дигидрохлорида или 50 г гипофосфита натрия, 50 см³ соляной кислоты, доливают водой до объема 10 дм³ и перемешивают до растворения солей;
 - для полярографирования в аммонийно-аммиачной среде в бутылку вместимостью 10 дм³ помещают 1 кг хлористого аммония, приливают 5 дм³ воды, 1000 см³ аммиака, 200 см³ раствора желатин, доливают водой до объема 10 дм³ и перемешивают до растворения соли. Срок годности этого электролита — 7 суток;
 - стандартные растворы меди, свинца и кадмия.
- Раствор А меди и свинца; готовят следующим образом: навески массой 1,6000 г меди и 2,0000 г свинца помещают в коническую колбу вместимостью 750 см³, растворяют при нагревании в 40 см³ разбавленной 1:3 азотной кислоты и выпаривают почти досуха. Приливают 10 см³ соляной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Операцию выпаривания с 10 см³ соляной кислоты повторяют еще 2 раза. Далее приливают 500—600 см³ хлоридного раствора, нагревают до растворения солей, раствор охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки хлоридным раствором и перемешивают.
- 1 см³ раствора А содержит 1,6 мг меди и 2 мг свинца.
- Раствор Б меди и свинца; готовят следующим образом: 20 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают до метки хлоридным раствором и перемешивают.
- 1 см³ раствора Б содержит 0,16 мг меди и 0,2 мг свинца.
- Раствор В кадмия; готовят следующим образом: навеску кадмия массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 1 дм³, растворяют при нагревании в 50 см³ разбавленной 1:3 азотной кислоты и выпаривают досуха. Приливают 10 см³ соляной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Операцию выпаривания с 10 см³ соляной кислоты повторяют. Далее приливают 200—250 см³ хлоридного раствора, нагревают до растворения соли, раствор охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки хлоридным раствором и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 1 мг кадмия.

Раствор Г меди; готовят следующим образом: навеску меди массой 2,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 750 см³, приливают 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают досуха. Приливают 10 см³ соляной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Выпаривание с 10 см³ соляной кислоты повторяют. К остатку приливают 50 см³ соляной кислоты, 200—250 см³ воды, перемешивают, охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Г содержит 2 мг меди.

Раствор Д меди; готовят следующим образом: 20 см³ раствора Г помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:20, и перемешивают.

1 см³ раствора Д содержит 0,2 мг меди.

Раствор Е кадмия; готовят следующим образом: навеску кадмия массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 750 см³, растворяют при нагревании в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3, и выпаривают досуха. Приливают 10 см³ соляной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Выпаривание с 10 см³ соляной кислоты повторяют. К остатку приливают 50 см³ соляной кислоты, 200—250 см³ воды, перемешивают, охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Е содержит 1 мг кадмия;

растворы с известными массовыми долями меди, свинца и кадмия для полярографирования в натриево-хлоридной среде; готовят следующим образом: в мерные колбы вместимостью 1 дм³ отмеривают, согласно табл. 1, пипетками или бюреткой необходимые стандартные растворы А, Б и В, доливают до метки фоновым электролитом и перемешивают.

Концентрация меди, свинца и кадмия в растворах указана в табл. 1.

Таблица 1

| Объем стандартного раствора, см ³ | | | Концентрация в растворе, мг/дм ³ | | |
|--|----|----|---|--------|--------|
| А | Б | В | меди | свинца | кадмия |
| — | 10 | 5 | 1,6 | 2 | 5 |
| — | 20 | 10 | 3,2 | 4 | 10 |
| — | 20 | 15 | 3,2 | 4 | 15 |
| — | 20 | 25 | 3,2 | 4 | 25 |
| 5 | — | 10 | 8 | 10 | 10 |
| 10 | — | 2 | 16 | 20 | 2 |
| 20 | — | 3 | 32 | 40 | 3 |
| 30 | — | 4 | 48 | 60 | 4 |
| 35 | — | 5 | 56 | 70 | 5 |
| 35 | — | 10 | 56 | 70 | 10 |
| 35 | — | 20 | 56 | 70 | 20 |
| 40 | — | 6 | 64 | 80 | 6 |
| 45 | — | 8 | 72 | 90 | 8 |
| 40 | — | 10 | 64 | 80 | 10 |
| 40 | — | 14 | 64 | 80 | 14 |
| 45 | — | 18 | 72 | 90 | 18 |
| 50 | — | 20 | 80 | 100 | 20 |
| 60 | — | 25 | 96 | 120 | 25 |

Растворы с известными массовыми долями меди и кадмия для полярографирования в аммонийно-аммиачной среде; готовят следующим образом: в мерные колбы вместимостью 1 дм³ отмеривают, согласно табл. 2, пипетками или бюреткой необходимые стандартные растворы Г или Д меди, Е кадмия, соляной кислоты, разбавленной 1:20, треххлористого железа, нагревают до температуры 75—80 °С, приливают в каждую колбу при энергичном перемешивании по 450—500 см³ соответствующего фонового электролита, 100 см³ раствора сернистокислого натрия, охлаждают, разбавляют до метки этим же фоновым электролитом и перемешивают. Растворы переливают в конические колбы вместимостью 1 дм³, выдерживают над осадком 35—40 мин. Затем растворы осторожно сливают с осадков в чистые и сухие склянки вместимостью 1 дм³, притертыми пробками. Концентрация меди и кадмия в растворах указана в табл. 2. Срок годности этих растворов с известным содержанием — 7 суток.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. При полярографировании меди, свинца и кадмия в кислой натриево-хлоридной среде навеску цинкового концентрата массой 0,2500 или 0,5000 г (в зависимости от массовой доли меди и свинца) помещают в коническую колбу вместимостью 100—250 см³, смачивают 1—1,5 см³ воды, прибавляют около 0,5 г фтористого аммония, перемешивают, приливают 10 см³ соляной кислоты, кипятят 6—7 мин, затем приливают 5 см³ азотной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Если при этом образуется темный королек серы, его обрабатывают при нагревании несколькими каплями азотной кислоты. Приливают 5 см³ соляной кислоты и снова выпаривают до влажного остатка. После этого приливают по 5 см³ соляной кислоты и раствора бромистого калия (вместо раствора бромистого калия можно взять 2 см³ бромистоводородной кислоты), 2 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты и выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты.

К остатку приливают 45—50 см³ фонового электролита, нагревают до кипения, кипятят 1—2 мин (до обесцвечивания раствора), охлаждают, количественно переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки фоновым электролитом и перемешивают. Часть раствора заливают в электролизер и проводят полярографирование меди, свинца и кадмия на осциллографическом или переменноточковом полярографах соответственно при потенциалах пиков минус 0,26, 0,47 и 0,65 В по отношению к насыщенный каломельному или хлорсеребряному электродам. В аналогичных условиях проводят полярографирование соответствующих растворов с известной массовой долей меди, свинца и кадмия. Полярографирование на осциллографическом полярографе проводят при таких диапазонах тока, чтобы высоты волн были 40—60 мм. При записи полярограмм на бумаге (ППТ-1 можно брать пики до 120—180 мм). С целью уменьшения погрешности в анализе для расчета берут такие высоты пиков меди, свинца и кадмия растворов с известной массовой долей, чтобы они (при соответствующих диапазонах тока) совпадали с высотами пиков этих же элементов растворов проб в пределах (0±8) %. Измерение пиков меди, свинца и кадмия проводят по их правым ветвям. При соотношении свинца к меди в пробе больше 5:1 измерение пика меди проводят по левой ветви или же определяют медь (и кадмий) из отдельной навески в аммонийно-аммиачной среде.

3.2. При полярографировании меди (и кадмия) в аммонийно-аммиачной среде навеску цинкового концентрата массой 0,2500 или 0,5000 г (в зависимости от массовой доли меди) помещают в коническую колбу вместимостью 100—250 см³, смачивают 1—1,5 см³ воды, прибавляют около 0,5 г фтористого аммония, перемешивают, приливают 10 см³ соляной кислоты, кипятят 7—9 мин, приливают 5 см³ азотной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Если при этом образуется темный королек серы, его обрабатывают несколькими каплями азотной кислоты при нагревании. Приливают 5 см³ соляной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Выпаривание с 5 см³ соляной кислоты повторяют.

Таблица 2

| Объем стандартного раствора, см ³ | | | Объем реактивов в зависимости от массы навески, см ³ | | | | Концентрация в растворе, мг/дм ³ | |
|--|----|----|---|-------------------|--------------------------|-------------------|---|--------|
| Г | Д | Е | для навески массой 0,25 г | | для навески массой 0,5 г | | меди | кадмия |
| | | | HCl(1:20) | FeCl ₃ | HCl(1:20) | FeCl ₃ | | |
| — | 10 | 10 | 120 | 12 | 120 | 25 | 2 | 10 |
| — | 10 | 20 | 120 | 12 | 110 | 25 | 2 | 20 |
| — | 25 | 10 | 120 | 12 | 110 | 25 | 5 | 10 |
| — | 25 | 15 | 120 | 12 | 100 | 25 | 5 | 15 |
| 5 | — | 20 | 120 | 2 | 110 | 4 | 10 | 20 |
| 10 | — | 30 | 110 | 2 | 90 | 4 | 20 | 30 |
| 20 | — | 45 | 80 | 2 | 70 | 4 | 40 | 45 |
| 15 | — | 5 | 120 | 12 | 110 | 25 | 30 | 5 |
| 20 | — | 10 | 100 | 12 | 90 | 25 | 40 | 10 |
| 25 | — | 15 | 100 | 12 | 90 | 25 | 50 | 15 |
| 30 | — | 10 | 100 | 12 | 90 | 25 | 60 | 10 |
| 40 | — | 15 | 80 | 12 | 70 | 25 | 80 | 15 |
| 50 | — | 20 | 70 | 12 | 60 | 25 | 100 | 20 |
| 60 | — | 5 | 70 | 12 | 60 | 25 | 120 | 5 |
| 60 | — | 10 | 80 | 12 | 70 | 25 | 120 | 10 |
| 70 | — | 5 | 60 | 12 | 50 | 25 | 140 | 5 |
| 80 | — | 10 | 50 | 12 | 40 | 25 | 160 | 10 |
| 80 | — | 20 | 40 | 12 | 30 | 25 | 160 | 20 |

К остатку приливают 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:20, нагревают до температуры 75—80 °С, приливают при энергичном перемешивании 45—50 см³ фонового электролита, охлаждают, приливают 10 см³ раствора сернистокислого натрия, перемешивают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до метки фоновым электролитом, перемешивают и оставляют на 35—40 мин.

Осветленный анализируемый раствор заливают в электролизер и проводят полярографирование меди и кадмия соответственно при потенциалах полуволн минус 0,52 и 0,81 В по отношению к насыщенному каломельному или хлорсеребряному электродам. В аналогичных условиях проводят полярографирование соответствующих растворов с известной массовой долей меди и кадмия.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{H \cdot V \cdot 100}{K \cdot m \cdot 10^6},$$

где H — высота волны меди, свинца или кадмия, полученная при полярографировании раствора пробы, мм;

V — объем разведенного испытуемого раствора пробы, см³;

K — среднее значение отношений высот волн, полученных при полярографировании растворов с известным содержанием меди, свинца или кадмия, к массовым концентрациям этих же растворов, мм·дм³/мг;

m — масса навески концентрата, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.2. 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.

Т а б л и ц а 3

| Массовая доля меди, свинца или кадмия, % | Допускаемое расхождение параллельных определений, % | | Допускаемое расхождение 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 | — |

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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;

колбы конические или стаканы по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см³;

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

пипетки по НТД 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, разбавленную 1:1 и 1:3;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1;

кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;

С. 6 ГОСТ 14048.3—78

смесь фтористоводородной и соляной кислот в отношении 1:15;
 бром по ГОСТ 4109;
 медь марки М0 по ГОСТ 859;
 свинец марки С0 по ГОСТ 3778;
 кадмий марки Кд0 по ГОСТ 1467;

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;

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 график 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

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

где C — концентрация определяемого элемента в анализируемом растворе пробы, мкг/см³, найденная по градуировочному графику или полученная другими способами по п. 5.2;

V — вместимость мерной колбы для разбавления раствора пробы, см³;

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.

Разд. 5. (Введен дополнительно, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

М.Г. Саюн, К.Ф. Гладышева, В.И. Лысенко, Л.И. Максай, Н.А. Романенко, В.А. Колесникова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.09.78 № 2584

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14048.3—68; ГОСТ 14048.11—71; ГОСТ 14048.6—70

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|--------------|
| ГОСТ 8.453—82 | 2.1 |
| ГОСТ 12.1.005—88 | 1а.1 |
| ГОСТ 12.1.016—79 | 1а.1 |
| ГОСТ 195—77 | 2.1 |
| ГОСТ 859—78 | 2.1, 5.1 |
| ГОСТ 1467—93 | 2.1, 5.1 |
| ГОСТ 1770—74 | 5.1 |
| ГОСТ 2062—77 | 2.1 |
| ГОСТ 3118—77 | 5.1 |
| ГОСТ 3760—79 | 2.1 |
| ГОСТ 3773—72 | 2.1 |
| ГОСТ 3778—77 | 2.1, 5.1 |
| ГОСТ 4109—79 | 5.1 |
| ГОСТ 4147—74 | 2.1 |
| ГОСТ 4160—74 | 2.1 |
| ГОСТ 4461—77 | 5.1 |
| ГОСТ 4204—77 | 2.1 |
| ГОСТ 4233—77 | 2.1 |
| ГОСТ 4658—73 | 2.1 |
| ГОСТ 5457—75 | 5.1 |
| ГОСТ 10484—78 | 5.1 |
| ГОСТ 11293—89 | 2.1 |
| ГОСТ 14048.2—78 | 1.2 |
| ГОСТ 22159—76 | 2.1 |
| ГОСТ 24104—88 | 2.1 |
| ГОСТ 25336—82 | 2.1, 5.1 |
| ГОСТ 25363—82 | 1а.1 |
| ГОСТ 27329—87 | 1.1 |

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1 и 2, утвержденными в мае 1984 г., январе 1991 г. (ИУС 8—84, 6—91)

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Н.И. Гаврищук*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 22.03.99. Подписано в печать 08.04.99. Усл.печл. 1,40. Уч.-издл. 1,0.
Тираж 124 экз. С 2534. Зак. 316.

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