

# КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ, СВИНЦА И КАДМИЯ

Издание официальное

НИФТР и СТ ЦСМ при МЭиФ КР  
**РАБОЧИЙ**  
**ЭКЗЕМПЛЯР**

## 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

## 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 реагентов, 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 реагенты, 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 реагентов), 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:

полиограф;

весы лабораторные рычажные по ГОСТ 24104;

весы настольные гиревые или циферблочные по ГОСТ 8.453;

колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336;

приборы мерные лабораторные стеклянные;

бюretки 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 фосфорноватистокислый (гипофосфит натрия) по ГОСТ 200;

железо треххлористое, 6-водное по ГОСТ 4147, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>, готовят на разбавленной 1:20 соляной кислоте;

калий бромистый по ГОСТ 4160, раствор 40 г/дм<sup>3</sup>;

натрий сернистокислый по ГОСТ 195, насыщенный раствор;

натрий хлористый по ГОСТ 4233;

желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный;

cadмий марки Кd0 по ГОСТ 1467;

меди марки М0 по ГОСТ 859;

свинец марки С0 по ГОСТ 3778;

ртуть по ГОСТ 4658;

хлоридный раствор; готовят следующим образом: в склянку вместимостью 2 дм<sup>3</sup> помещают 400 г хлористого натрия, 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, доливают водой до объема 2 дм<sup>3</sup> и перемешивают до растворения соли;

электролит фоновый; готовят следующим образом:

для полярографирования в натриево-хлоридной среде в бутыль вместимостью 10 дм<sup>3</sup> помещают 2 кг хлористого натрия, 100 г гидразина дигидрохлорида или 50 г гипофосфита натрия, 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, доливают водой до объема 10 дм<sup>3</sup> и перемешивают до растворения солей;

для полярографирования в аммонийно-аммиачной среде в бутыль вместимостью 10 дм<sup>3</sup> помещают 1 кг хлористого аммония, приливают 5 дм<sup>3</sup> воды, 1000 см<sup>3</sup> аммиака, 200 см<sup>3</sup> раствора желатины, доливают водой до объема 10 дм<sup>3</sup> и перемешивают до растворения соли. Срок годности этого электролита — 7 суток;

стандартные растворы меди, свинца и cadмия.

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 см<sup>3</sup>, растворяют при нагревании в 40 см<sup>3</sup> разбавленной 1:3 азотной кислоты и выпаривают почти досуха. Приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Операцию выпаривания с 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты повторяют еще 2 раза. Далее приливают 500—600 см<sup>3</sup> хлоридного раствора, нагревают до растворения солей, раствор охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки хлоридным раствором и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1,6 мг меди и 2 мг свинца.

Раствор Б меди и свинца; готовят следующим образом: 20 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают до метки хлоридным раствором и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,16 мг меди и 0,2 мг свинца.

Раствор В cadмия; готовят следующим образом: навеску cadмия массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, растворяют при нагревании в 50 см<sup>3</sup>, разбавленной 1:3 азотной кислоты и выпаривают досуха. Приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Операцию выпаривания с 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты повторяют. Далее приливают 200—250 см<sup>3</sup> хлоридного раствора, нагревают до растворения соли, раствор охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки хлоридным раствором и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 1 мг кадмия.

Раствор Г меди; готовят следующим образом: навеску меди массой 2,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 750 см<sup>3</sup>, приливают 30 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают досуха. Приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Выпаривание с 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты повторяют. К остатку приливают 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 200—250 см<sup>3</sup> воды, перемешивают, охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Г содержит 2 мг меди.

Раствор Д меди; готовят следующим образом: 20 см<sup>3</sup> раствора Г помещают в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:20, и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:3, и выпаривают досуха. Приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты и выпаривают до влажного остатка. Выпаривание с 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты повторяют. К остатку приливают 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 200—250 см<sup>3</sup> воды, перемешивают, охлаждают, количественно переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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 дм<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup>			Концентрация в растворе, мг/дм <sup>3</sup>		
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 дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> соответствующего фонового электролита, 100 см<sup>3</sup> раствора сернистокислого натрия, охлаждают, разбавляют до метки этим же фоновым электролитом и перемешивают. Растворы переливают в конические колбы вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, выдерживают над осадком 35—40 мин. Затем растворы осторожно сливают с осадков в чистые и сухие склянки вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, 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).