
**Руды железные. Определение
содержания меди.**

Часть 1.

**Спектрофотометрический метод с
применением 2,2'-бихинолина**

*Iron ores -- Determination of copper -- Part 1: 2,2'-Biquinolyl
spectrophotometric method'*

ISO 5418-1:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e70b913d-a2ef-49a0-8d5c-e7088f77f042/iso-5418-1-2006>



Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5418-1:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e70b913d-a2ef-49a0-8d5c-e7088f77f042/iso-5418-1-2006>



ДОКУМЕНТ ОХРАНЯЕТСЯ АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2006

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 734 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Принцип	1
4 Реактивы	2
5 Аппаратура.....	3
6 Отбор проб и пробы	3
6.1 Общие положения	3
6.2 Подготовка предварительно высушенных проб для испытания	3
7 Проведение испытания	3
7.1 Число определений.....	3
7.2 Проба (навеска) для анализа	3
7.3 Холостой опыт и проверка	4
7.4 Определение	4
7.4.1 Разложение пробы для анализа	4
7.4.2 Обработка остатка	4
7.4.3 Обработка раствора для испытания	5
7.4.4 Спектрофотометрическое измерение	5
7.5 Построение градуировочной кривой	6
8 Обработка результатов	7
8.1 Расчет массовой доли меди.....	7
8.2 Общая обработка результатов	7
8.2.1 Повторяемость и разрешенные допуски	7
8.2.2 Определение результата анализа.....	8
8.2.3 Межлабораторная прецизионность	8
8.2.4 Проверка правильности.....	8
8.2.5 Расчет конечного результата	9
8.3 Коэффициент пересчета	9
9 Протокол испытания.....	9
Приложение А (нормативное) Блок-схема метода приемки значений результатов анализа для испытуемых проб	10
Приложение В (информативное) Вывод повторяемости и уравнений разрешенных допусков	11
Приложение С (информативное) Показатели прецизионности, полученные в ходе международных испытаний	12

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) представляет собой всемирную федерацию, состоящую из национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по разработке международных стандартов обычно ведется Техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в теме, для решения которой образован данный технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными в Части 2 Директив ISO/IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые Техническими комитетами, направляются комитетам-членам на голосование. Для их опубликования в качестве международных стандартов требуется одобрение не менее 75 % комитетов-членов, участвовавших в голосовании.

Внимание обращается на тот факт, что отдельные элементы данного документа могут составлять предмет патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию каких-либо или всех подобных патентных прав.

ISO 5418-1 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 102, *Руды железные и железо прямого восстановления*, Подкомитетом SC 2, *Химический анализ*.

Настоящее второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 5418-1:1994), которое прошло технический пересмотр. Стандарт был актуализирован и изменен способ представления показателей прецизионности.

ISO 5418 состоит из следующих частей под общим названием *Руды железные. Определение содержания меди*.

- *Часть 1. Спектрофотометрический метод с использованием 2,2'-бихинолина*
- *Часть 2. Спектрометрический метод с применением атомной абсорбции в пламени*

Руды железные. Определение содержания меди.

Часть 1.

Спектрофотометрический метод с применением 2,2'-бихинолина

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – Применение положений данной части ISO 5418 может включать работу с опасными материалами, операциями и оборудованием. Данная часть ISO 5418 не ставит цели рассмотреть все проблемы безопасности, связанные с его применением. Пользователю данной части ISO 5418 вменяется в обязанность установление соответствующих мер предосторожности и охраны здоровья и определение пригодности нормативных ограничений перед его применением.

1 Область применения

Данная часть ISO 5418 устанавливает спектрофотометрический метод с применением 2,2'-бихинолина для определения содержания меди в железной руде.

Данный метод применим в массовой доле меди от 0,005 % до 0,77 % в природных железных рудах, концентратах, агломератах и окатышах.

[ISO 5418-1:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e70b913d-a2ef-49a0-8d5c-e7088f77f042/iso-5418-1-2006)

2 Нормативные ссылки

Нижеследующие документы являются обязательными для применения данного документа. Для датированных ссылок действительно только указанное издание. В случае недатированных ссылок используется последняя редакция документа, на который дается ссылка.

ISO 648, *Посуда лабораторная. Пипетки с одной меткой*

ISO 1042, *Посуда лабораторная. Мерные колбы с одной меткой*

ISO 3082, *Руды железные. Метод отбора и подготовки проб*

ISO 3696, *Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытания*

ISO 7764, *Руды железные. Подготовка предварительно высушенных проб для химического анализа*

3 Принцип

Пробу для анализа разлагают путем обработки соляной, азотной и хлорной кислотами.

Диоксид кремния дегидратируют, раствор разбавляют и фильтруют. Остаток прокаливают, обрабатывают плавиковой и серной кислотами, и плавят с карбонатом натрия. Охлажденный расплав растворяют в фильтрате.

Медь(II) восстанавливают аскорбиновой кислотой. 2,2'-бихинолин добавляют в присутствии *N,N*-диметилформамида для образования комплексного соединения меди(I) красно-фиолетового цвета.

оптическую плотность этого окрашенного комплекса измеряют с помощью спектрофотометра при длине волны примерно 545 нм.

4 Реактивы

В процессе анализа используют реактивы только признанной аналитической чистоты и воду, соответствующую классу 3 по ISO 3696.

Используемый дистилляционный аппарат не должен содержать меди, а деионизированная вода не должна входить в контакт с медными трубками или кранами.

- 4.1 Карбонат натрия** (Na_2CO_3), безводный порошок.
- 4.2 Оксид железа(III)**, минимальной чистоты: 99,9 % (по массе), массовая доля меди меньше 0,000 2 %.
- 4.3 Соляная кислота**, ρ от 1,16 г/мл до 1,19 г/мл.
- 4.4 Соляная кислота**, ρ от 1,16 г/мл до 1,19 г/мл, разбавленная 1 + 2.
- 4.5 Соляная кислота**, ρ от 1,16 г/мл до 1,19 г/мл, разбавленная 1 + 10.
- 4.6 Азотная кислота**, ρ 1,4 г/мл.
- 4.7 Азотная кислота**, ρ 1,4 г/мл, разбавленная 1 + 1.
- 4.8 Хлорная кислота**, 1,54 г/мл, 60 % (по массе), или ρ 1,67 г/мл, 70 % (по массе).
- 4.9 Серная кислота**, ρ 1,84 г/мл, разбавленная 1 + 1.
- 4.10 Плавиковая кислота**, ρ 1,13 г/мл, 40 % (по массе), или ρ 1,185 г/мл, 48 % (по массе).
- 4.11 Аскорбиновая кислота** ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$), раствор, 200 г/л.

Этот раствор готовят непосредственно перед применением.

- 4.12 *N,N*-диметилформамид** [$\text{HCON}(\text{CH}_3)_2$].

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Необходимо избегать вдыхания ядовитых паров.

- 4.13 2,2'-бихинолин** ($\text{C}_{18}\text{H}_{12}\text{N}_2$), раствор.

Растворяют 0,15 г 2,2'-бихинолина в 250 мл *N,N*-диметилформамида. Защищают раствор от света и хранят в бутылках из темного (коричневого) стекла.

- 4.14 Стандартные растворы меди.**

- 4.14.1 Стандартный раствор А**, 1 000 мкг Cu /мл.

Растворяют 0,500 г металлической меди [минимальной чистоты 99,9°% (по массе)] в 20 мл разбавленной азотной кислоты (4.7) в 250-мл высоком химическом стакане. После удаления азотистых паров кипячением охлаждают и переносят в 500-мл мерную колбу с одной меткой, доводят до объема водой и перемешивают.

4.14.2 Стандартный раствор В, 50 мкг Си/мл.

Переносят 25,0 мл стандартного раствора А (4.14.1) в 500 -мл мерную колбу с одной меткой и доводят до объема водой.

5 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, включая пипетки с одной меткой и мерные колбы с одной меткой, соответствующие техническим условиям ISO 648 и ISO 1042 соответственно (если нет иных указаний), а также следующее.

5.1 Платиновый тигель, вместимостью от 25 мл до 30 мл.

5.2 Муфельная печь, обеспечивающая нагревание до 1 000 °С.

5.3 Спектрофотометр, подходящий для измерения оптической плотности при длине волны примерно 545 нм.

6 Отбор проб и пробы

6.1 Общие положения

Для анализа используют лабораторную пробу с размером частиц подрешетного продукта 100 мкм, отобранную и подготовленную в соответствии с ISO 3082. В случае руд, имеющих большое содержание связанной воды или окисляемых соединений, используют размер частиц подрешетного продукта 160 мкм.

ПРИМЕЧАНИЕ Руководство по большому содержанию связанной воды и окисляемых соединений включено в ISO 7764.

6.2 Подготовка предварительно высушенных проб для испытания

Тщательно перемешивают лабораторную пробу и, взяв несколько точечных проб, экстрагируют пробу для испытания таким образом, чтобы она была репрезентативной для всего содержимого контейнера. Сушат пробу для анализа при температуре $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ в соответствии с ISO 7764. (таким образом получают предварительно просушенную пробу для анализа.)

7 Проведение испытания

7.1 Число определений

Выполняют анализ, как минимум, двумя параллельными опытами в соответствии с Приложением х А, независимо, на одной предварительно просушенной пробе для анализа.

ПРИМЕЧАНИЕ Выражение “независимо” означает, что на второй и любой последующий результат не влияет предыдущий результат(ы). Для данного конкретного метода анализа это условие предполагает, что повторение процедуры выполняет либо тот же самый оператор в другое время, либо другой оператор, включая соответствующую повторную калибровку в каждом случае.

7.2 Проба (навеска) для анализа

Отбирают несколько точечных проб, взвешивают, с точностью до 0,000 2 г, приблизительно 0,5 г или 1 г пробы для испытания (см. Таблицу 1), полученной в соответствии с 6.2.

Пробу для анализа рекомендуется отбирать и взвешивать быстро, чтобы избежать абсорбции влаги.

Таблица 1 — Руководство по измерениям для испытуемого раствора

Массовая доля меди в пробе для испытания %	Масса пробы для анализа г	Мерная колба мл	Кювета см
от 0,004 до 0,05	1,0	50	5
от 0,05 до 0,4	0,5	100	2
от 0,4 до 0,8	0,5	100	1

7.3 Холостой опыт и проверка

Для каждого испытания в серии необходимо выполнить один холостой опыт и один опыт с аттестованным стандартным образцом руды такого же типа параллельно с анализом проб(ы) руды в тех же самых условиях. Предварительно просушенную пробу для анализа аттестованного стандартного образца необходимо готовить в соответствии с 6.2.

Аттестованный стандартный образец должен быть такого же типа, как и анализируемая проба, и свойства этих двух материалов должны быть максимально подобными, чтобы обеспечить, в любом случае, отсутствие потребности внесения заметных изменений в процедуру анализа.

Там где анализ осуществляют на нескольких пробах одновременно, значение холостого опыта можно получить в одном опыте, при условии, что процедура остается одинаковой и используемые реактивы берут из тех же самых бутылей.

Там где анализ осуществляют на нескольких пробах руды одного и того же типа одновременно, можно использовать значение, полученное при анализе одного аттестованного стандартного образца.

7.4 Определение

7.4.1 Разложение пробы для анализа

Помещают навеску для анализа (7.2) в высокий химический стакан вместимостью 250 мл и смачивают пятью мл воды. Добавляют 20 мл соляной кислоты (4.3), накрывают стакан часовым стеклом и нагревают раствор осторожно, без кипячения, пока не завершится разложение испытуемой пробы. Добавляют 5 мл азотной кислоты (4.6), затем 10 мл хлорной кислоты (4.8) и 0,2 мл серной кислоты (4.9), накрывают стакан часовым стеклом и нагревают, пока не появятся пары хлорной кислоты. Продолжают нагревание еще в течение 3 мин - 5 мин.

Дают стакану остыть и добавляют 20 мл соляной кислоты (4.4). Кипятят в течение 1 мин, чтобы удалить хлор и разбавляют десятью мл воды.

Фильтруют раствор через фильтровальную бумагу средней плотности, собирая фильтрат в химический стакан вместимостью 300 мл. Промывают фильтровальную бумагу соляной кислотой (4.5), используя, по возможности, минимальный объем, пока не пропадет желтая окраска, вызванная железом(III). Наконец, промывают горячей водой, пока смывы не освободятся от кислоты. Фильтрат и смывы сохраняют как основной раствор. Переносят фильтровальную бумагу с остатком в платиновый тигель (5.1).

7.4.2 Обработка остатка

Просушивают и озоляют фильтровальную бумагу при низкой температуре, и прокаливают остаток при температуре примерно 800 °C в муфельной печи (5.2). Дают тиглю остыть, увлажняют остаток

несколькими каплями воды и добавляют 5 капель серной кислоты (4.9) и 5 мл плавиковой кислоты (4.10).

Осторожно нагревают в вытяжном шкафу, чтобы удалить диоксид кремния в форме тетрафторида, а также выпарить серную кислоту досуха. Наконец, нагревают тигель при высокой температуре в течение нескольких секунд, чтобы обеспечить полное удаление серной кислоты. Дают остыть и добавляют 1 г карбоната натрия (4.1). Осторожно подогревают в течение нескольких минут, затем при температуре от 900 °C до 1 000 °C, пока не разложение остатка не будет полным.

ПРИМЕЧАНИЕ При большом количестве остатка может потребоваться дополнительное количество карбоната натрия. В этом случае количество карбоната натрия, взятое в 7.5, необходимо увеличить соответствующим образом.

Дают тиглю остыть и переносят в стакан с основным раствором из 7.4.1, аккуратно нагревают, чтобы растворить расплав. Извлекают тигель из стакана и споласкивают водой. Выпаривают раствор при необходимости и охлаждают до комнатной температуры. Переносят в 50 –мл или 100 –мл мерную колбу с одной меткой в соответствии с Таблицей 1, доводят до объема водой и перемешивают. (Таким образом получен раствор для испытания.)

7.4.3 Обработка раствора для испытания

Переносят две аликвотной части раствора, полученного 7.4.2, по 10,0 мл в две мерные колбы вместимостью 50 мл с одной меткой. Добавляют следующие реактивы, хорошо перемешивая после каждого добавления:

- для испытуемого раствора, 5 мл раствора аскорбиновой кислоты (4.11) и 25 мл раствора 2,2'-бихинолина (4.13);
- для контрольного раствора, 5 мл раствора аскорбиновой кислоты (4.11) и 25 мл раствора *N,N*-диметилформамида (4.12).

Аналогично переносят две аликвотной части холостого раствора по 10 мл в две мерные колбы вместимостью 50 мл с одной меткой. Добавляют следующие реактивы, тщательно перемешивая после каждого добавления:

- для холостого раствора, 5 мл раствора аскорбиновой кислоты (4.11) и 25 мл раствора 2,2'-бихинолина (4.13);
- для холостого контрольного раствора, 5 мл раствора аскорбиновой кислоты (4.11) и 25 мл *N,N*-диметилформамида (4.12).

Доводят каждый раствор до объема водой, перемешивают и ставят колбы на водяную баню температурой примерно 20 °C на 5 мин. Регулируют объем, если необходимо, перемешивают, выдерживают в течение 10 мин и измеряют.

7.4.4 Спектрофотометрическое измерение

Используя кюветы с подходящей длиной оптического пути (см. таблицу 1), измеряют оптическую плотность испытуемого раствора по сравнению с контрольным раствором. Длина волны для максимального поглощения примерно равна 545 нм.

Аналогично измеряют оптическую плотность холостого раствора по сравнению с холостым контрольным раствором в тех же самых условиях.

Вносят поправку в значение оптической плотности испытуемого раствора на значение оптической плотности, полученное для холостого раствора.

7.5 Построение градуировочной кривой

Берут навеску 0,5 г или 1,0 г оксида железа(III) (4.2) в соответствии с Таблицей 2, переносят в высокие химические стаканы вместимостью 250 мл и растворяют в 20 мл соляной кислоты (4.3).

Добавляют порциями стандартный раствор меди А (4.14.1) или В (4.14.2) в соответствии с Таблицей 2.

Добавляют 5 мл азотной кислоты (4.6), 0,2 мл серной кислоты (4.9) и 10 мл хлорной кислоты (4.8) в каждый стакан. нагревают до появления паров хлорной кислоты и продолжают нагревание еще 3 мин - 5 мин.

Дают остыть и добавляют 20 мл соляной кислоты (4.4). Осторожно прибавляют 1 г карбоната натрия (4.1), кипятят в течение 1 мин, чтобы удалить хлор и диоксид углерода и охлаждают до комнатной температуры.

Переносят растворы №№. 1 - 4 в четыре мерные колбы вместимостью 50 мл с одной меткой, а растворы №№ 5 - 11 в семь мерных колб вместимостью 100 мл с одной меткой. Доводят до объема водой и перемешивают.

Продолжают в соответствии с 7.4.3 и 7.4.4. Строят график зависимости оптической плотности раствора от массы меди.

ПРИМЕЧАНИЕ Градуировочный раствор No. 1 (без добавления меди) используют в качестве холостого раствора для массовых долей меди от 0,004 % до 0,05 %, а градуировочный раствор No. 5 (без добавления меди) используют для массовых долей меди от 0,05 % до 0,8 %.

Диапазон содержания меди (в процентах по массе) относят к массе испытуемой пробы 1 г или 0,5 г, в условиях, приведенных в Таблице 1.

Таблица 2 — Градуировочные растворы

Раствор No.	Масса оксида железа(III) г	Объем стандартного раствора меди мл		Cu мг	Cu %
		A	B		
1	1,0	0	0	0	0
2	1,0		1,0	0,05	0,005
3	1,0		5,0	0,25	0,025
4	1,0		10,0	0,50	0,050
5	0,5		0	0	0
6	0,5		5,0	0,25	0,05
7	0,5		10,0	0,50	0,10
8	0,5		20,0	1,00	0,20
9	0,5	2,0		2,00	0,40
10	0,5	3,0		3,00	0,60
11	0,5	4,0		4,00	0,80