
**Руды железные. Определение
содержания меди.**

Часть 2.

**Спектрометрический метод с
применением атомной абсорбции в
пламени**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.itih.ru)
Iron ores -- Determination of copper --

Part 2: Flame atomic absorption spectrometric method

ISO 5418-2:2006

<https://standards.itih.ru/catalog/standards/sist/33a0aa4e-53f2-44e9-b509-e31498871b63/iso-5418-2-2006>



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 5418-2:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33a0aa4e-53f2-44e9-b509-e31498871b63/iso-5418-2-2006>



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 Лабораторная проба	3
6.2 Подготовка предварительно высушенных проб для испытания	4
7 Проведение испытания	4
7.1 Число определений	4
7.2 Холостой опыт и проверка	4
7.3 Проба (навеска) для анализа	4
7.4 Определение	5
7.4.1 Разложение пробы для анализа	5
7.4.2 Обработка раствора	5
7.4.3 Приготовление набора градуировочных растворов	5
7.4.4 Наладка атомно-абсорбционного спектрометра	6
7.4.5 Измерения атомной абсорбции	6
8 Обработка результатов	6
8.1 Расчет массовой доли меди	6
8.2 Общая обработка результатов	7
8.2.1 Повторяемость и разрешенный допуск	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 испытываемых 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 5418-2 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 102, *Руды железные и железо прямого восстановления*, Подкомитетом SC 2, *Химический анализ*

Настоящее первое издание отменяет и заменяет ISO 4693:1986, 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 2.

Спектрометрический метод с применением атомной абсорбции в пламени

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 спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени для определения массовой доли меди в железных рудах.

Данный метод применим в массовой доле меди от 0,004 % до 0,8 % в природных железных рудах, концентратах, агломератах и окатышах.

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 плавиковой кислоты. Раствор выпаривают с добавлением хлорной кислоты и растворяют, и нерастворимый остаток отфильтровывают.

Концентрацию меди в растворе измеряют методом атомно-абсорбционной спектрометрии, используя воздушно-ацетиленовое пламя.

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 Железо металлическое порошковое, массовая доля меди < 0,001 %.
- 4.2 Карбонат натрия (Na_2CO_3), безводный.
- 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 Азотная кислота, ρ 1,4 г/мл.
- 4.6 Азотная кислота, ρ 1,4 г/мл, разбавленная 1 + 1.
- 4.7 Хлорная кислота, 1,54 г/мл, 60 % (по массе), или ρ 1,67 г/мл, 70 % (по массе).
- 4.8 Плавиковая кислота, ρ 1,13 г/мл, 40 % (по массе), или ρ 1,185 г/мл, 48 % (по массе).
- 4.9 Фоновый раствор

растворяют 15 г металлического железного порошка (4.1) в 150 мл соляной кислоты (4.4). Охлаждают раствор до комнатной температуры и добавляют 10 мл азотной кислоты (4.5). Осторожно нагревают, чтобы удалить азотистые газы, добавляют 250 мл раствора хлорной кислоты (4.7) и выпаривают раствор, пока он не задымит. Нагревают еще в течение 10 мин, остужают и разбавляют до 1 000 мл водой.

4.10 Стандартные растворы меди

4.10.1 Исходный раствор

Растворяют 1,000 г чистой металлической меди в 30 мл разбавленной азотной кислоты (4.6), нагревают, чтобы удалить азотистые газы, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл. Доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл исходного раствора содержит 1,00 мг меди.

4.10.2 Стандартный раствор А

Переносят 100 мл исходного раствора (4.10.1) в мерную колбу вместимостью 1 000 мл. Доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл такого стандартного раствора содержит 0,10 мг меди.

4.10.3 Стандартный раствор В

Переносят 10 мл стандартного раствора А (4.10.2) в мерную колбу вместимостью 100 мл. Доводят до метки водой и перемешивают.

1 мл такого стандартного раствора содержит 0,010 мг меди.

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 Стаканы из политетрафторэтилена (ПТФЭ), вместимостью 150 мл.

5.2 Атомно-абсорбционный спектрометр.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Необходимо следовать инструкциям изготовителя при зажигании и тушении воздушно-ацетиленового пламени, чтобы избежать возможной опасности взрыва. Необходимо надевать защитные затемненные очки при работающей горелке.

Используемый атомно-абсорбционный спектрометр подойдет, если будет удовлетворять следующим критериям.

- a) Минимальная чувствительность: оптическая плотность градуировочного раствора с самой высокой концентрацией меди (см. 7.4.3), при измерении в пламени и при длине оптического пути 10 см, составляет не менее 0,3.
- b) Линейность графика: наклон градуировочного графика, охватывающего 20 % (верхнюю часть) диапазона концентраций (выраженных как изменение оптической плотности составляет не менее 0,7 от значения наклона для 20 % диапазона концентраций (средняя часть), определенных таким же образом.
- c) Минимальная стабильность: Стандартное (среднеквадратическое) отклонение оптической плотности градуировочного раствора самой высокой концентрации и стандартное (среднеквадратическое) отклонение оптической плотности нулевого градуировочного раствора, каждое из которых рассчитано по достаточному количеству повторных измерений, составляют меньше 1,5 % и 0,5 %, соответственно, от среднего значения оптической плотности градуировочного раствора самой высокой концентрации.

Рекомендуется применение ленточного самописца и/или цифрового устройства вывода данных для оценки этих критериев и для всех последующих измерений.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Корректор фона, оснащенный водородной или дейтериевой лампой с полым катодом рекомендуется использовать для диапазона массовых долей от 0,003 % до 0,010 % меди.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Параметры прибора могут отличаться для каждого отдельного спектрометра. Следующие параметры были успешно использованы некоторыми лабораториями и могут применяться в качестве руководства. Растворы вводились в пламя ацетилен-воздух горелки предварительного смешения.

Лампа с полым медным катодом (мА)	3
Длина волны (нм)	324,7
Скорость потока воздуха (л/мин)	10
Скорость потока ацетилена (л/мин)	2

В системах, где значения, показанные для скоростей газового потока, не применяются, для руководства можно использовать соотношение скоростей газовых потоков.

6 Отбор проб и пробы

6.1 Лабораторная проба

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 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 (см. последний абзац данного подраздела).

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.

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.

7.3 Проба (навеска) для анализа

Отбирают несколько точечных проб, взвешивают, с точностью до 0,000 2 г, приблизительно 0,5 г предварительно просушенной пробы для испытания, полученной в соответствии с 6.2.

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

7.4 Определение

7.4.1 Разложение пробы для анализа

Переносят навеску для анализа (7.3) в химический стакан из ПТФЭ вместимостью 150 мл (5.1). Увлажняют несколькими миллилитрами воды, добавляют 15 мл соляной кислоты (4.3), накрывают стакан часовым стеклом и осторожно нагревают раствор. Увеличивают нагрев и вываривают, не доводя до кипения, пока реакция не прекратится. Добавляют 5 мл азотной кислоты (4.5) и нагревают в течение 10 мин. Снимают часовое стекло, добавляют 3 мл плавиковой кислоты (4.8) и нагревают еще 10 мин.

Смывают стенки стакана водой и добавляют 5 мл хлорной кислоты (4.7). Медленно нагревают, выпаривая до появления плотных белых паров хлорной кислоты. Дают парам выделяться в течение от 2 мин до 3 мин.

Дают стакану остыть и добавляют 50 мл воды, осторожно нагревают, чтобы растворить растворимые соли.

Фильтруют раствор через плотную фильтровальную бумагу, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 100 мл. Промывают фильтровальную бумагу и остаток тщательно теплой водой. Охлаждают конечный раствор, доводят до объема водой и перемешивают. (Это испытуемый раствор.)

Если остается значительное количество остатка в процессе разложения, или если подозревают в части осадка значительное содержание меди, то этот остаток анализируют отдельно, чтобы подсчитать массовую долю меди после прокаливания, плавления с карбонатом натрия (4.2), и растворения расплава в азотной кислоте, разбавленной 1 + 50. Следует также приготовить соответствующий раствор для холостого опыта. Результат, полученный при определении меди из нерастворимого остатка, затем складывают с результатом, полученным для меди в основном испытуемом растворе.

7.4.2 Обработка раствора

ISO 5418-2:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33a0aa4e-53f2-44e9-b509->

Если массовая доля меди превышает 0,2 % (или 0,1 % в случае приборов с большой чувствительностью), разбавляют испытуемый раствор следующим образом: переносят аликвотную часть (x мл, где x должно быть не меньше 20 мл) в мерную колбу вместимостью 100 мл. Добавляют 0,2 (100 – x) мл фонового раствора (4.9), доводят до объема водой и перемешивают. (Это разбавленный испытуемый раствор). (См. последний абзац данного подраздела). Если массовая доля меди меньше 0,2 % (или 0,1 % в случае приборов с большой чувствительностью), измерение оптической плотности основного раствора выполняют без разбавления.

Если необходимо использовать разбавленный испытуемый раствор, необходимо приготовить разбавленный раствор для холостого опыта следующим образом: переносят x мл холостого раствора в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют 0,2 (100 – x) мл фонового раствора (4.9), доводят до объема водой и перемешивают.

Для приборов с высокой чувствительностью такое разбавление может потребоваться, если массовая доля меди составляет от 0,1 % до 0,2 %. Если массовая доля меди составляет от 0,5 % до 1 % для приборов высокой чувствительности, значение x должно быть не меньше 10 мл.

7.4.3 Приготовление набора градуировочных растворов

В зависимости от ожидаемой массовой доли меди в пробе, готовят градуировочные растворы, используя стандартный раствор А (4.10.2) или стандартный раствор В (4.10.3). Для диапазона массовой доли от 0,01 % до 1 % меди, используют стандартный раствор А (4.10.2). Для диапазона массовой доли от 0,003 % до 0,02 % меди, используют стандартный раствор В (4.10.3).

Переносят порции по 1,0 мл, 3,0 мл, 5,0 мл, 7,0 мл и 10,0 мл соответствующего стандартного раствора в мерные колбы вместимостью 100 мл и добавляют 20,0 мл фонового раствора (4.9). Доводят каждый

раствор до объема водой и перемешивают. Готовят нулевой градуировочный раствор путем переноса 20,0 мл фонового раствора в мерную колбу вместимостью 100 мл. Доводят до объема водой и перемешивают.

Диапазон концентраций меди, который можно охватить, может для разных приборов быть разным. Необходимо следить за критериями минимальной эффективности, описанными в 5.2. Для высокочувствительных приборов серию градуировочных растворов можно приготовить, используя только стандартный раствор В, увеличивая, по мере необходимости, взятые объемы.

7.4.4 Настройка атомно-абсорбционного спектрометра

Устанавливают длину волны для измерения меди (324,7 нм), чтобы получить минимальную оптическую плотность и отрегулировать вывод данных на нулевую оптическую плотность. Зажигают воздушно-ацетиленовое пламя. После 10-минутного предварительного прогрева горелки, впрыскивают воду и, если необходимо, подстраивают выходные данные на нулевую оптическую плотность. Впрыскивают градуировочный раствор с самой высокой концентрацией меди (7.4.3) и регулируют поток горючего и положение горелки, так чтобы получить максимальную оптическую плотность. Проверяют установку для нулевой оптической плотности и оценивают критерии в соответствии с 5.2.

Повторяют впрыскивание воды и градуировочного раствора с самой высокой концентрацией меди, чтобы установить отсутствие дрейфа в показаниях оптической плотности, и устанавливают показание для оптической плотности воды на нуль.

7.4.5 Измерения атомной абсорбции

Впрыскивают градуировочные растворы и испытуемый или разбавленный испытуемый раствор в случае повышенной абсорбции, начиная с нулевого градуировочного раствора и раствора для холостого опыта или разбавленного раствора для холостого опыта. Когда получают стабильный отклик на каждый из растворов, показания регистрируют. Между градуировочными и испытуемыми растворами впрыскивают воду. Измерения повторяют не менее двух раз.

Если необходимо, преобразуют среднее из показаний для каждого градуировочного раствора в оптическую плотность. Получают чистую оптическую плотность (нетто) для каждого градуировочного раствора путем вычитания средней оптической плотности нулевого градуировочного раствора. Аналогичным образом получают оптическую плотность испытуемого раствора или разбавленного испытуемого раствора путем вычитания оптической плотности раствора холостого опыта или разбавленного раствора холостого опыта.

Строят градуировочный график, нанося значения чистой оптической плотности градуировочных растворов против концентрации, в микрограммах меди на миллилитр.

Преобразуют чистое значение оптической плотности испытуемого раствора или разбавленного испытуемого раствора в микрограммы меди на миллилитр, с помощью градуировочной кривой.

8 Обработка результатов

8.1 Расчет массовой доли меди

Массовую долю меди, w_{Cu} , рассчитывают как процент, до пяти знаков после запятой, по следующей формуле

$$w_{Cu} = \frac{\rho_{Cu} \times 100}{m_1 \times 10\,000}$$