

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

**ISO
9682-1**

Второе издание
2009-06-15

Руды железные. Определение содержания марганца.

Часть 1.

Атомно-абсорбционный метод с возбуждением в пламени

Iron ores — Determination of manganese content —

<https://standards.iteh.ai/standards/sist/a7db0c0d-0844-400f-ba07-330> *Part 1: Flame atomic absorption spectrometric method*

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 9682-1:2009(R)

© ISO 2009

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 вывести на экран, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на загрузку интегрированных шрифтов в компьютер, 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, использованным 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 9682-1:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7db0c0d-0844-400f-ba07-33083b19cdb3/iso-9682-1-2009>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2009

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 22 749 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	4
6.1 Лабораторная проба	4
6.2 Подготовка предварительно высушенных проб	4
7 Проведение анализа	4
7.1 Количество определений.....	4
7.2 Меры предосторожности	4
7.3 Навеска (проба) для анализа.....	4
7.4 Холостой опыт и контрольный опыт	4
7.5 Определение.....	5
7.5.1 Разложение пробы для анализа.....	5
7.5.2 Обработка раствора для анализа	6
7.5.3 Настройка атомно-абсорбционного спектрометра.....	6
7.5.4 Атомно-абсорбционные измерения	7
8 Обработка результатов	7
8.1 Расчет массовой доли марганца	7
8.2 Общие положения по обработке результатов.....	8
8.2.1 Повторяемость и разрешенный допуск.....	8
8.2.2 Определение результата анализа.....	8
8.2.3 Межлабораторная прецизионность (воспроизводимость).....	9
8.2.4 Проверка правильности.....	9
8.2.5 Расчет конечного результата.....	10
8.3 Коэффициент пересчета на оксид марганца	10
9 Протокол испытания.....	10
Приложение А (нормативное) Последовательность операций процедуры принятия аналитических значений для анализируемых проб.....	11
Приложение В (информативное) Вывод уравнений повторяемости и воспроизводимости	12
Приложение С (информативное) Показатели прецизионности, полученные во время международных аналитических исследований	13

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 9682-1 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 102, *Железная руда и железо прямого восстановления*, Подкомитетом SC 2, *Химический анализ*.

Настоящее второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 9682-1:1991) после технического пересмотра.

ISO 9682 состоит из следующих частей под общим наименованием *Руды железные. Определение содержания марганца*:

- *Часть 1. Атомно-абсорбционный метод с возбуждением в пламени*
- *Часть 2. Спектрофотометрический метод с применением периодата*

Руды железные. Определение содержания марганца.

Часть 1.

Атомно-абсорбционный метод с возбуждением в пламени

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Настоящая часть ISO 9682 может включать опасные материалы, операции и оборудование. Настоящая часть ISO 9682 не ставит целью описать все проблемы безопасности, связанные с ее использованием. Пользователь настоящей части ISO 9682 сам несет ответственность за установление соответствующих правил техники безопасности и охраны здоровья и определение применимости регламентных ограничений перед использованием ее положений.

1 Область применения

Настоящая часть ISO 9682 устанавливает спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени для определения массовой доли марганца в железных рудах.

Настоящий метод применим к природным железным рудам, железнорудным концентратам и агломератам, включая аглоспеки, с массовой долей марганца в диапазоне от 0,01 % до 2,5 %.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные документы обязательны для применения данного документа. Для датированных ссылок применяется только указанное издание. Для недатированных ссылок применяется самое последнее издание указанного документа (включая все изменения).

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

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

ISO 3082, *Руды железные. Процедуры отбора и подготовки образцов*

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

3 Принцип

Пробу образца подвергают разложению одним из следующих методов.

- a) Плавление анализируемой пробы образца в плавленном флюсе углекислого натрия/тетрабората натрия и растворение охлажденного расплава в соляной кислоте.
- b) Обработка соляной кислотой с добавлением небольшого количества азотной кислоты. Выпаривание до обезвоженного состояния диоксида кремния, добавление соляной кислоты, разбавление и фильтрование. Прокаливание остатка и удаление диоксида кремния посредством выпаривания с фтористоводородной и серной кислотами. Плавление с карбонатом натрия и тетраборатом натрия и растворение охлажденного расплава в фильтрате.

В обоих случаях полученный раствор распыляют в пламя оксид азота (I) – ацетилен атомно-абсорбционного спектрометра.

Полученные значения оптической плотности сравнивают со значениями, полученными для градуировочных растворов.

4 Реактивы

В процессе анализа используют только реактивы признанной аналитической чистоты и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

- 4.1 Карбонат натрия (Na_2CO_3), безводный.
- 4.2 Тетраборат натрия ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$), 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 в соотношении 1 + 1.
- 4.5 Азотная кислота, ρ 1,4 г/мл.
- 4.6 Фтористоводородная кислота, ρ 1,13 г/мл, 40 % (по массе), или 1,19 г/мл, 48 % (по массе).
- 4.7 Серная кислота, ρ 1,84 г/мл.
- 4.8 Серная кислота, ρ 1,84 г/мл, разбавленная в соотношении 1 + 1.
- 4.9 Фоновый раствор.

Растворяют 12 г металлического железа (проволока или порошок) или 17 г оксида железа (в обоих случаях с массовой долей марганца менее 0,003 %) в 100 мл соляной кислоты (4.3) с помощью нагревания в закрытом химическом стакане вместимостью 1 000 мл. В случае использования металлического железа, его окисляют посредством добавления азотной кислоты (4.5) по капле. Охлаждают и добавляют 300 мл соляной кислоты (4.3). Растворяют 32 г углекислого натрия (4.1) и 16 г тетрабората натрия (4.2) в 300 мл воды, осторожно добавляют в раствор железа и нагревают, чтобы удалить диоксид углерода. Охлаждают, переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1 000 мл, разбавляют водой до объема и перемешивают.

4.10 Стандартные растворы марганца.

4.10.1 Исходный раствор марганца, концентрацией 500 мкг Mn/мл.

Растворяют 0,500 г металлического марганца высокой чистоты [минимальная чистота 99,9 % (по массе)] в 25 мл соляной кислоты (4.4) в закрытом высоком химическом стакане при нагревании. По завершении растворения охлаждают, переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1 000 мл, доводят водой до объема и перемешивают.

4.10.2 Стандартный раствор марганца, 50 мкг Mn/мл.

Переносят 50 мл исходного раствора марганца (4.10.1) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 500 мл, доводят до объема водой и перемешивают.

4.11 Градуировочные растворы марганца.

В серию мерных колб с одной меткой вместимостью 100 мл переносят 0 мл; 5,0 мл; 10,0 мл; 20,0 мл; 30,0 мл стандартного раствора марганца (4.10.2) соответственно. В каждую колбу добавляют 25,0 мл фонового раствора (4.9), доводят до объема водой и перемешивают.

Охватываемый диапазон концентраций марганца может отличаться в зависимости от используемого прибора. Следует обратить внимание на эксплуатационные характеристики, описанные в 5.5. При использовании высокочувствительных приборов можно исключить из показанной выше серии раствор с самой высокой концентрацией и включить дополнительный раствор с низкой концентрацией, например, 2,0 мл стандартного раствора марганца (4.10.2).

5 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, включая пипетки с одной меткой и мерные колбы с одной меткой, соответствующие техническим условиям по ISO 648 и ISO 1042, соответственно, а также следующее.

- 5.1 **Тигли из платины или подходящего платинового сплава**, минимальной вместимостью 25 мл.
- 5.2 **Муфельная печь**, обеспечивающая минимальную температуру в 1 020 °С.
- 5.3 **Комбинация магнитной мешалки с нагревательной плиткой**.
- 5.4 **Якоря для магнитной мешалки**, с политетрафторэтиленовым (ПТФЭ) покрытием, длиной 10 мм.
- 5.5 **Атомно-абсорбционный спектрометр**, оснащенный горелкой оксид азота (I) – ацетилен.

Атомно-абсорбционный спектрометр, применяемый в настоящей методике, считается приемлемым, если удовлетворяет следующим критериям.

- a) **Минимальная чувствительность**: оптическая плотность самого концентрированного градуировочного раствора марганца (4.11) составляет не менее 0,27.
- b) **Линейность графика**: угол наклона градуировочной кривой, охватывающей 20% верхней части диапазона концентраций, (выражаемый как изменение оптической плотности) должен составлять не менее 0,7 от значения угла наклона 20 % нижней части диапазона концентраций, определенного таким же способом.
- c) **Минимальная стабильность**: стандартное отклонение оптической плотности самого концентрированного градуировочного раствора и стандартное отклонение оптической плотности нулевого градуировочного раствора, рассчитанные по достаточному количеству повторных измерений, должны составлять не более 1,5 % и 0,5 % соответственно от среднего значения оптической плотности самого концентрированного градуировочного раствора.

Для оценки критериев a), b) и c) и для всех последующих измерений рекомендуется применение ленточного самописца и/или цифрового считывающего устройства.

ПРИМЕЧАНИЕ Параметры используемых приборов могут варьироваться. Следующие параметры были успешно применены в нескольких лабораториях и могут быть использованы для руководства. Растворы были распылены в пламя оксид азота (I)/ацетилен горелки спектрометра с предварительным смешением.

Лампа с полым катодом, мА	5
Длина волны, нм	279,5
Скорость потока оксида азота (I), л/мин	7,5
Скорость потока ацетилена, л/мин	4,0

В системах, где вышеуказанные значения для расхода газа не применяются, можно руководствоваться соотношением расхода газов.

6 Отбор проб и пробы

6.1 Лабораторная проба

Для анализа используют лабораторную пробу с размером частиц, проходящих через сито 100 мкм, которую отбирают и готовят в соответствии с ISO 3082. В случае руд со значительным содержанием химически связанной воды или окисляющихся соединений используют размер частиц, проходящих через сито 160 мкм.

ПРИМЕЧАНИЕ Руководство по пробам со значительным содержанием химически связанной воды или окисляющихся соединений включено в ISO 7764.

6.2 Подготовка предварительно высушенных проб

Тщательно перемешивают лабораторную пробу и с помощью отбора множественных точечных проб получают пробу для анализа, которая является репрезентативной для всего содержимого емкости. Высушивают пробу для испытания при температуре $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, как установлено в ISO 7764. (Это и будет предварительно высушенная проба.)

7 Проведение анализа

7.1 Количество определений

Проводят не менее двух параллельных анализов в соответствии с Приложением А, независимо, на одной предварительно высушенной пробе.

ПРИМЕЧАНИЕ Выражение «независимо» означает, что предшествующий(е) результат(ы) не влияют на второй и любой последующий результат. Для настоящего конкретного аналитического метода данное условие подразумевает, что повторение процедуры осуществляется либо одним и тем же оператором, но в другое время, либо другим оператором, включая в обоих случаях необходимую повторную градуировку.

7.2 Меры предосторожности

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Во избежание риска возможного взрыва следует соблюдать инструкции производителя по зажиганию и гашению пламени оксид азота (I)/ацетилен. При работе с пламенем следует пользоваться затемненными защитными очками.

7.3 Навеска (проба) для анализа

Отбирают несколько точечных проб, берут навеску с точностью до 0,000 2 г, приблизительно 0,5 г предварительно высушенной пробы, полученной в соответствии с 6.2.

7.4 Холостой опыт и контрольный опыт

В каждом прогоне параллельно с анализом проб(ы) руды при тех же условиях следует выполнять один холостой опыт и один анализ аттестованного стандартного образца руды такого же типа.

Предварительно высушенная навеска от аттестованного стандартного образца должна быть подготовлена в соответствии с 6.2.

Аттестованный стандартный образец должен быть такого же типа, как и подлежащая анализу проба, а характеристики обоих материалов должны быть достаточно схожими, чтобы в обоих случаях не было необходимости вносить значительные изменения в методику анализа.

При одновременном анализе нескольких проб значение для холостой пробы может быть задано по одному испытанию, при условии, что методика будет одинаковой, а используемые реактивы будут взяты из одних и тех же бутылей для реактивов.

При одновременном проведении анализа на нескольких пробах руды одного и того же типа можно использовать аналитическое значение одного аттестованного стандартного образца.

7.5 Определение

7.5.1 Разложение пробы для анализа

Если разложение производится посредством сплавления, то продолжают как установлено в 7.5.1.1. Если посредством воздействия кислоты, то продолжают как установлено в 7.5.1.2.

7.5.1.1 Щелочное сплавление

Помещают 0,80 г карбоната натрия (4.1) в тигель из платины или подходящего платинового сплава (5.1), переносят пробу для анализа (7.3) в тигель и хорошо перемешивают палочкой из платины или нержавеющей стали. Добавляют 0,40 г тетрабората натрия (4.2) и повторяют перемешивание, используя металлическую палочку. Помещают тигель на 30 минут в муфельную печь (5.2) с температурой, поддерживаемой на уровне от 1 020 °С до 1 040 °С.

Извлекают тигель с плавом из печи и аккуратно помешивают плав круговыми движениями по мере его затвердевания. Дают плаву остыть, затем помещают в тигель якорь магнитной мешалки с покрытием из ПТФЭ (5.4) и кладут тигель на бок в низкий химический стакан вместимостью 150 мл. Добавляют 20 мл соляной кислоты (4.4) и 30 мл воды, закрывают и нагревают с одновременным помешиванием на комбинированной магнитной мешалке/нагревательной плитке (5.3) до полного растворения плава.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Возможно, для обеспечения полного растворения плава потребуется поворачивать тигель.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 В качестве альтернативы комбинированной магнитной мешалке/нагревательной плитке для облегчения растворения плава можно использовать ультразвуковую ванну.

Вынимают и промывают тигель и якорь мешалки, охлаждают раствор и переливают его в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл. Доводят водой до объема и перемешивают. (Этот раствор для анализа.)

7.5.1.2 Кислотное разложение

Помещают пробу для анализа (7.3) в высокий химический стакан вместимостью 250 мл. Добавляют 20 мл соляной кислоты (4.3), накрывают часовым стеклом и нагревают примерно в течение 1 ч на нагревательной плитке, отрегулированной на температуру в 100 °С, измеряемую в химическом стакане, содержащем аналогичный объем серной кислоты на аналогичную глубину (4.7).

ПРИМЕЧАНИЕ Если остается большое количество нерастворимого остатка, то продолжают нагревание при более высокой температуре, не доводя раствор до кипения.

Добавляют 1 мл азотной кислоты (4.5) и 0,2 мл серной кислоты (4.8) и вываривают в течение 15 мин. Убирают предметное стекло и выпаривают раствор досуха. Нагревают соли в течение 30 мин на нагревательной плитке, отрегулированной как и ранее на температуру (по серной кислоте) от 100 °С до 115 °С. Добавляют 20 мл соляной кислоты (4.4), накрывают химический стакан часовым стеклом и нагревают в течение нескольких минут. Добавляют 30 мл воды и нагревают до кипения.

Охлаждают, моют предметное стекло и стенки химического стакана, и фильтруют раствор через бумажный фильтр средней плотности с фильтр-массой (от 0,3 г до 0,4 г сухой массы) в низкий химический стакан вместимостью 150 мл. Аккуратно удаляют все налипающие частицы стеклянной палочкой с резиновым наконечником либо кусочком увлажненной фильтровальной бумаги и переносят на фильтр, промывают водой бумагу до тех пор, пока она не освободится от видимых следов железа. Фильтрат сохраняют. Бумажный фильтр и остаток переносят в тигель из платины или подходящего платинового сплава (5.1) и начинают выпаривать фильтрат до конечного объема приблизительно 70 мл.

Высушивают и прокаливают фильтровальную бумагу и остаток в тигле из платины или подходящего платинового сплава (5.1) при температуре приблизительно 800 °С. Охлаждают, добавляют 3 капли серной кислоты (4.8) и 2 мл фтористоводородной кислоты (4.6) или, в случае руды с высоким содержанием диоксида кремния, 5 мл фтористоводородной кислоты. Медленно выпаривают, чтобы освободиться от диоксида кремния, и продолжают нагревание с целью удаления серной кислоты. Прокаливают в течение нескольких минут при 800 °С и охлаждают. В остаток добавляют 0,4 г тетрабората натрия (4.2) и 0,8 г карбоната натрия (4.1), смешивают и нагревают в муфельной печи при 1 000 °С в течение 15 мин (5.2) или над горелкой с поддувом сжатым воздухом в течение времени, достаточного для получения прозрачного сплава.

Охлаждают сплав и укладывают тигель на бок в химическом стакане, содержащем сохраненный фильтрат, выпаренный до приблизительно 70 мл. Нагревают раствор до полного растворения расплавленных солей из тигля. Вынимают и ополаскивают тигель, охлаждают раствор и переливают его в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл. Доводят до объема водой и перемешивают. (Это раствор для анализа.)

7.5.2 Обработка раствора для анализа

Если массовая доля марганца в анализируемой пробе составляет от 0,01 % до 0,2 %, используют непосредственно раствор для анализа, полученный в соответствии с 7.5.1.1 или 7.5.1.2, без разбавления. При массовой доле марганца от 0,2 % до 3,0 % помещают соответствующую аликвоту раствора для анализа (см. Таблицу 1) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл, добавляют количество фонового раствора (4.9), указанное в Таблице 1, доводят до объема водой и перемешивают. (Это разбавленный раствор для анализа.)

Если разбавленный раствор для анализа готов, то готовят соответствующий разбавленный раствор холостой пробы следующим образом.

Переносят соответствующее количество раствора холостой пробы и количество фонового раствора (4.9), указанные в Таблице 1, в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл. Доводят до объема водой и перемешивают. (Это разбавленный раствор холостой пробы.)

Таблица 1 — Руководство по разбавлению раствора для анализа и раствора холостой пробы

Ожидаемая массовая доля, w_{Mn} , Mn в пробе %	Аликвота мл	Объем добавляемого фонового раствора (4.9) мл
от 0,01 до 0,2	Не разбавляется	0
от 0,2 до 0,6	50,0	12,5
от 0,5 до 1,5	20,0	20
от 1,0 до 3	10,0	22,5

ПРИМЕЧАНИЕ Перекрывание диапазонов концентраций дает возможность небольшого отличия полученной массовой доли от ожидаемой массовой доли. В случае сомнений следует использовать первый указанный диапазон.

7.5.3 Настройка атомно-абсорбционного спектрометра

Для получения минимальной оптической плотности устанавливают длину волны марганца (279,5 нм) и регулируют считывание нулевой оптической плотности. Зажигают пламя оксид азота (I) /ацетилен, соблюдая меры предосторожности, указанные в 7.2. Через 10 мин предварительного нагрева горелки распыляют градуировочный раствор с самой высокой массовой долей марганца (4.11) и тщательно регулируют подачу топлива и положение горелки для получения максимальной оптической плотности.

Проверяют, чтобы при распылении в пламя воды поддерживались условия получения нулевой оптической плотности, и еще раз распыляют в пламя градуировочный раствор с самой высокой массовой долей марганца, чтобы установить, что показание оптической плотности не смещается. Устанавливают показание для воды на нулевую оптическую плотность.

7.5.4 Атомно-абсорбционные измерения

Распыляют градуировочные растворы (4.11) и раствор для анализа или разбавленный раствор для анализа в порядке возрастания концентрации, начиная с нулевого градуировочного раствора и раствора холостой пробы или разбавленного раствора холостой пробы. Получив устойчивые отклики, записывают данные в единицах оптической плотности. После каждого раствора распыляют в пламени воду и повторяют измерения дважды.

Реактивы, используемые для приготовления нулевого градуировочного раствора, должны иметь достаточно низкую массовую долю марганца, чтобы значение оптической плотности заметно не превышало 0,01 при использовании высокоэффективных приборов (оптическая плотность градуировочного раствора с самой высокой концентрацией выше 0,6), и 0,005 с приборами средней и низкой эффективности (близких к критериям 5.5).

ПРИМЕЧАНИЕ Если с высокочувствительным прибором раствор с высокой концентрацией марганца был исключен из градуировочной серии (см 4.11), то возможно потребуется внести изменение в руководство по разбавлению в Таблице 1. В этом случае передвигают значения аликвотных количеств и объемов фонового раствора на одну строку вверх для каждого диапазона массовой доли марганца, используя для диапазона от 1 % до 3 % Mn аликвотный объем 5,0 мл и 23,8 мл фонового раствора.

Корректируют значения оптической плотности, полученные для градуировочных растворов посредством вычитания оптической плотности нулевого градуировочного раствора и строят градуировочную кривую, нанося результирующие значения оптической плотности против микрограммов марганца на миллилитр. Если график является, по существу, линейным, то вычитают оптическую плотность, полученную для холостой пробы или разбавленной холостой пробы из оптической плотности, полученной для анализируемого раствора или разбавленного анализируемого раствора, в зависимости от рассматриваемого случая, и с помощью этого графика преобразуют результирующее значение оптической плотности анализируемого раствора или разбавленного анализируемого раствора в микрограммы марганца на миллилитр.

Если кривизна на полученном графике приближается к пределу, установленному в 5.5 b), то график строят повторно с использованием нескорректированных значений для всех растворов и устанавливают концентрацию нулевого градуировочного раствора по отрезку кривой на отрицательной стороне оси концентраций. Прибавляют данное значение к номинальным значениям концентрации градуировочных растворов и перестраивают кривую так, чтобы она проходила через начало координат. По кривой определяют концентрацию марганца в микрограммах на миллилитр растворов холостой пробы и анализируемых растворов соответственно, и корректируют концентрацию анализируемого раствора или разбавленного анализируемого раствора по концентрации холостой пробы или разбавленной холостой пробы в зависимости от рассматриваемого случая.

8 Обработка результатов

8.1 Расчет массовой доли марганца

Массовую долю марганца, w_{Mn} , выраженную в процентах, рассчитывают с точностью до пяти знаков после запятой для массовых долей марганца ниже 0,5 % и до четырех знаков после запятой для массовых долей марганца от 0,5 % до 2,5 %, по Уравнению (1):

$$w_{Mn} = \frac{\rho_{Mn}}{m \times 100} \times DF \quad (1)$$

где

ρ_{Mn} концентрация марганца в анализируемом растворе или разбавленном анализируемом растворе, в микрограммах на миллилитр;

m масса анализируемой пробы, в граммах;