МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
34248—
2017**

РУДЫ МЕДНЫЕ И ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Измерение массовой доли меди и примесей методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 503 «Медь»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 августа 2017 г. № 102-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 сентября 2017 г. № 1104-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34248—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 октября 2018 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 2
3 Характеристики показателей точности измерений 3
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы 4
5 Метод измерений 5
6 Подготовка к выполнению измерений 5
7 Выполнение измерений 11
8 Обработка результатов измерений 12

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РУДЫ МЕДНЫЕ И ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Измерение массовой доли меди и примесей методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Copper and polymetallic ores. Measurement of copper and impurities weight fraction by an inductively coupled plasma atomic emission spectrometry method

Дата введения — 2018—10—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на руды медные и полиметаллические и устанавливает способ измерений массовой доли меди и примесей с применением метода атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой в диапазонах, представленных в таблице 1.

Общие требования к методу измерений и требования безопасности при выполнении измерений, а также к контролю точности результатов измерений установлены в ГОСТ 32221, отбор и подготовка проб для измерений — по ГОСТ 14180.

Таблица 1 — Диапазон измерений массовых долей компонентов

В процентах

Компонент	Диапазон массовой доли компонента	Компонент	Диапазон массовой доли компонента
Медь	От 0,100 до 10,0 включ.	Калия оксид	От 0,10 до 5,00 включ.
Сера	От 0,10 до 10,0 включ.	Натрия оксид	От 0,10 до 5,00 включ.
Железо	От 0,50 до 40,00 включ.	Магния оксид	От 0,10 до 10,0 включ.
Кремния диоксид	От 30,0 до 80,00 включ.	Алюминия оксид	От 1,0 до 15,0 включ.
Серебро	От 0,0002 до 0,025 включ.	Селен	От 0,0005 до 0,050 включ.
Кадмий	От 0,0002 до 0,050 включ.	Мышьяк	От 0,0005 до 0,050 включ.
Кобальт	От 0,0002 до 0,050 включ.	Олово	От 0,0005 до 0,050 включ.
Молибден	От 0,0002 до 0,050 включ.	Свинец	От 0,005 до 5,00 включ.
Никель	От 0,0002 до 0,050 включ.	Цинк	От 0,005 до 5,00 включ.
Рений	От 0,0002 до 0,050 включ.	Висмут	От 0,002 до 0,050 включ.
Ртуть	От 0,0002 до 0,0050 включ.	Сурьма	От 0,002 до 0,050 включ.
Кальция оксид	От 1,0 до 20,0 включ.	Титана оксид	От 0,020 до 2,00 включ.
Марганца оксид	От 0,005 до 0,50 включ.	Фосфора оксид	От 0,020 до 2,00 включ.

Издание официальное

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 123—2008 Кобальт. Технические условия

ГОСТ 804—93 Магний первичный в чушках. Технические условия

ГОСТ 849—2008 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 859—2014 Медь. Марки

ГОСТ 860—75 Олово. Технические условия

ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия

ГОСТ 1467—93 Кадмий. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3771—74 Реактивы. Аммоний фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4530—76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

ГОСТ 6008—90 Марганец металлический и марганец азотированный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6836—2002 Серебро и сплавы на основе серебра. Марки

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9849—86 Порошок железный. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10298—79 Селен технический. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10928—90 Висмут. Технические условия

ГОСТ 11069—2001 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 14180—80 Руды и концентраты цветных металлов. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения влаги

ГОСТ 19658—81 Кремний монокристаллический в слитках. Технические условия

ГОСТ 19807—91 Титан и сплавы титановые деформируемые. Марки

ГОСТ 22861—93 Свинец высокой чистоты. Технические условия

ГОСТ 24104—2001[1)] Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27266—87 Проволока молибденовая для источников света. Технические условия

ГОСТ 31411—2009 Перренат аммония. Технические условия

ГОСТ 32221—2013 Концентраты медные. Методы анализа

ГОСТ ИСО 5725-6—2003[2)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

3 Характеристики показателей точности измерений

Точность измерений массовой доли компонентов соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли компонентов при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений массовой доли компонента	Показатель точности ±Δ	Пределы (абсолютные значения)	
			повторяемости r ($n = 2$)	Воспроизводимости R
Медь	От 0,100 до 0,200 включ.	0,021	0,021	0,028
	Св. 0,20 » 0,50 »	0,03	0,03	0,04
	» 0,50 » 1,00 »	0,05	0,05	0,07
	» 1,00 » 2,00 »	0,08	0,08	0,11
	» 2,00 » 5,00 »	0,11	0,12	0,14
	» 5,0 » 10,0 »	0,2	0,3	0,4
Сера	От 0,10 до 0,20 включ.	0,03	0,03	0,04
	Св. 0,20 » 0,50 »	0,04	0,04	0,06
	» 0,50 » 1,00 »	0,07	0,07	0,10
	» 1,00 » 2,00 »	0,09	0,09	0,13
	» 2,00 » 5,00 »	0,15	0,15	0,21
	» 5,0 » 10,0 »	0,3	0,3	0,4
Железо	От 0,50 до 2,00 включ.	0,09	0,09	0,13
	Св. 2,00 » 5,00 »	0,15	0,15	0,21
	» 5,0 » 10,0 »	0,2	0,2	0,3
	» 10,0 » 20,0 »	0,3	0,3	0,4
	» 20,0 » 40,0 »	0,5	0,5	0,7
Диоксид кремния	От 30, 0 до 80,0 включ.	1,0	1,0	1,4
Серебро, кадмий, кобальт, молибден, никель, рений	От 0,0002 до 0,0005 включ.	0,0001	0,0001	0,0001
	Св. 0,0005 » 0,0020 »	0,0002	0,0003	0,0004
	» 0,0020 » 0,0050 »	0,0004	0,0005	0,0007
	» 0,0050 » 0,0200 »	0,0010	0,0010	0,0014
	» 0,020 » 0,050 »	0,002	0,002	0,003
Ртуть	От 0,0002 до 0,0005 включ.	0,0001	0,0001	0,0001
	Св. 0,0005 » 0,0050 »	0,0002	0,0003	0,0004
Оксид натрия, оксид калия	От 0,10 до 0,25 включ.	0,04	0,04	0,06
	Св. 0,25 » 1,00 »	0,08	0,08	0,12
	» 1,00 » 2,50 »	0,21	0,20	0,30
	» 2,50 » 5,00 »	0,28	0,25	0,38
Оксид магния	От 0,10 до 0,25 включ.	0,04	0,04	0,06
	Св. 0,25 » 1,00 »	0,08	0,08	0,12
	» 1,00 » 2,50 »	0,21	0,20	0,30
	» 2,50 » 10,00 »	0,28	0,25	0,38
Оксид алюминия	От 1,00 до 2,50 включ.	0,09	0,09	0,13
	Св. 2,5 » 10,0 »	0,2	0,2	0,3
	» 10,0 » 15,0 »	0,4	0,4	0,5
Селен, мышьяк, олово	От 0,0005 до 0,0020 включ.	0,0003	0,0003	0,0004
	Св. 0,0020 » 0,0040 »	0,0006	0,0006	0,0009
	» 0,0040 » 0,0100 »	0,0014	0,0013	0,019
	» 0,010 » 0,025 »	0,002	0,002	0,003
	» 0,025 » 0,050 »	0,004	0,004	0,006

Окончание таблицы 1

В процентах

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений массовой доли компонента	Показатель точности ±Δ	Пределы (абсолютные значения)	
			повторяемости r (n = 2)	Воспроизводимости R
Свинец, цинк	От 0,005 до 0,020 включ.	0,002	0,002	0,003
	Св. 0,020 » 0,050 »	0,005	0,005	0,007
	» 0,050 » 0,100 »	0,010	0,011	0,016
	» 0,10 » 0,25 »	0,02	0,02	0,03
	» 0,25 » 1,00 »	0,06	0,06	0,09
	» 1,00 » 2,00 »	0,09	0,09	0,14
	» 2,00 » 5,00 »	0,10	0,13	0,17
Висмут, сурьма	От 0,002 до 0,0040 включ.	0,0006	0,0006	0,0009
	Св. 0,0040 » 0,0100 »	0,0014	0,0013	0,019
	» 0,010 » 0,025 »	0,002	0,002	0,003
	» 0,025 » 0,050 »	0,004	0,004	0,006
Кальция оксид	От 1,00 до 2,50 включ.	0,05	0,07	0,09
	Св. 2,50 » 10,00 »	0,10	0,14	0,17
	» 10,00 » 20,00 »	0,15	0,21	0,28
Оксид марганца	От 0,005 до 0,020 включ.	0,002	0,002	0,003
	Св. 0,020 » 0,050 »	0,005	0,005	0,007
	» 0,050 » 0,100 »	0,010	0,011	0,016
	» 0,10 » 0,25 »	0,02	0,02	0,03
	» 0,25 » 0,50 »	0,06	0,06	0,09
Оксид титана	От 0,020 до 0,050 включ.	0,005	0,005	0,007
	Св. 0,050 » 0,100 »	0,010	0,011	0,016
	» 0,10 » 0,25 »	0,02	0,02	0,03
	» 0,25 » 1,00 »	0,06	0,06	0,09
	» 1,00 » 2,00 »	0,09	0,09	0,14
Оксид фосфора	От 0,020 до 0,050 включ.	0,005	0,005	0,007
	Св. 0,050 » 0,100 »	0,010	0,011	0,016
	» 0,10 » 0,25 »	0,02	0,02	0,03
	» 0,25 » 2,00 »	0,06	0,06	0,09

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрометр атомно-эмиссионный с двойным наблюдением плазмы, обеспечивающий спектральное разрешение не ниже 0,007 на длине волны 200 нм и пределы определяемых компонентов в водных растворах не менее 0,001 мкг/см^3;
- весы специального класса точности по ГОСТ 24104 с дискретностью 0,0001 г;
- пипетки одноканальные автоматические, вместимостью 0,1-1, 1-10 см^3, с точностью отбора аликвотных частей не менее 0,3 % отн.;
- систему для разложения проб типа HotBlock с полипропиленовыми пробирками вместимостью не менее 50 см^3, с делениями и закручивающимися крышками;
- тефлоновые пробирки — автоклавы для системы разложения проб вместимостью не менее 55 см^3, обеспечивающие герметичность при температуре от 20 °С до 150 °С;
- печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева до 1000 °С;
- колбы мерные 2—100—2, 2—200—2, 2—2000—2 по ГОСТ 1770;
- эксикатор по ГОСТ 25336;
- тигли фарфоровые по ГОСТ 9147;
- банки полиэтиленовые или полипропиленовые для хранения растворов вместимостью 200 и 2000 см^3;
- стандартный образец состава раствора ионов ртути (II) с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461 х.ч. и разбавленную в соотношении 1:1, 1:3, 1:5;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 х.ч. и разбавленную в соотношении 1:1 и 1:2;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- аргон газообразный высшего сорта по ГОСТ 10157;
- стандартный образец состава ионов ртути (II), 1 мг/см^3,
- алюминий по ГОСТ 11069 не ниже марки А95;
- мышьяк металлический особо чистый[1];
- серебро по ГОСТ 6836 не ниже марки Ср 99,9;
- висмут по ГОСТ 10928 марки Ви00;
- кальций углекислый по ГОСТ 4530 х.ч.;
- кадмий по ГОСТ 1467 не ниже марки Кд0;
- кобальт по ГОСТ 123 не ниже марки К1у;
- медь по ГОСТ 859 марки М0к;
- железо восстановленное или порошок железный по ГОСТ 9849;
- калий хлористый по ГОСТ 4234 х.ч.;
- магний по ГОСТ 804 марки Мг-90;
- марганец по ГОСТ 6008 марки Мр00;
- молибден по ГОСТ 27266 не ниже марки МРН;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч.
- никель по ГОСТ 849 марки Н1;
- аммоний фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 3771, х.ч.;
- перренат аммония по ГОСТ 31411 не ниже марки АР0;
- сурьма по ГОСТ 1089 не ниже марки Су000;
- свинец по ГОСТ 22861 не ниже марки С00;
- скандия оксид марки ОС-99,998[2];
- олово по ГОСТ 860 не ниже марки О1пч;
- селен по ГОСТ 10298 не ниже марки СТ1;
- кремний по ГОСТ 19658, полупроводниковой чистоты;
- титан по ГОСТ 19807 не ниже марки ВТ-0.
- цинк по ГОСТ 3640 не ниже марки Ц0;
- стандарт-титр серной кислоты 0,1 н (1/2 H2SO4).

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в настоящем стандарте.

5 Метод измерений

Метод основан на возбуждении атомов и ионов компонентов в плазменном разряде и измерении интенсивности излучаемых линий.

Метод предусматривает растворение образцов руд в смеси соляной, фтористоводородной и азотной кислот в пробирках-автоклавах под давлением.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Подготовка прибора к выполнению измерений

Подготовку спектрометра к выполнению измерений проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

---

[1] В Российской Федерации — по [1].

[2] В Российской Федерации — по [2].

6.2 Подготовка к выполнению анализа

6.2.1 Навеску оксида скандия марки ОС-99,998 массой 5 г помещают в фарфоровый тигель и прокаливают при температуре 900 °С в течение 2 ч, затем помещают в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры.

При приготовлении раствора скандия массовой концентрации 50 мкг/см^3 в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают навеску оксида скандия массой 0,1534 г и приливают 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1. Пробирку закрывают крышкой, помещают в систему HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения оксида. Пробирку достают, охлаждают в течение 5 мин, открывают, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 2000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку. Срок хранения раствора — один год.

6.2.2 Навеску карбоната кальция массой 5 г помещают в фарфоровый тигель и прокаливают при температуре 900°С в течение 2 ч, затем полученный оксид кальция помещают в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры.

При приготовлении раствора кальция массовой концентрации 10000 мкг/см^3 в полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают навеску оксида кальция массой 1,3990 г, добавляют 10 см^3 воды и 2 раза по 5 см^3 соляной кислоты. Через 30 мин пробирку закрывают и помещают в систему HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения соли. Пробирку достают, охлаждают в течение 15 мин, открывают, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку. Срок хранения раствора — один год.

6.2.3 При приготовлении раствора серы массовой концентрации 8032 мкг/см^3 в мерную колбу вместимостью 200 см^3 переносят содержимое стандарт-титра серной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку. Срок хранения раствора — один год.

6.2.4 При приготовлении раствора меди массовой концентрации 5000 мкг/см^3 в полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают навеску меди массой 1,0000 г и приливают 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1. Пробирку закрывают крышкой, помещают в систему HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения металла. Пробирку достают, охлаждают в течение 15 мин, открывают, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку. Срок хранения раствора — один год.

6.2.5 При приготовлении раствора железа массовой концентрации 10000 мкг/см^3 в полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают навеску железа массой 1,0000 г и приливают 1 см^3 азотной кислоты и 8 см^3 соляной кислоты. Пробирку закрывают крышкой, помещают в систему Hot-Block при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения металла. Пробирку достают, охлаждают в течение 15 мин, открывают, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку. Срок хранения раствора — один год.

6.2.6 При приготовлении раствора цинка массовой концентрации 5000 мкг/см^3 в полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают навеску цинка массой 1,0000 г и приливают 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:3. Пробирку закрывают крышкой, помещают в систему HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения металла. Пробирку достают, охлаждают в течение 15 мин, открывают, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку. Срок хранения раствора — один год.

6.2.7 При приготовлении раствора свинца массовой концентрации 5000 мкг/см^3 в полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают навеску свинца массой 1,0000 г и приливают 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:3. Пробирку закрывают крышкой, помещают в систему HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения металла. Пробирку достают, охлаждают в течение 15 мин, открывают, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку. Срок хранения раствора — шесть месяцев.

6.2.8 При приготовлении раствора серебра массовой концентрации 125 мкг/см^3 в полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают навеску серебра массой 0,0250 г и приливают 2 см^3 азотной кислоты. Пробирку закрывают крышкой, помещают в систему HotBlock при температуре 90 °С

и выдерживают до полного растворения металла. Пробирку достают, охлаждают в течение 15 мин, открывают, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку. Срок хранения раствора — шесть месяцев.

6.2.9 При приготовлении раствора алюминия массовой концентрации 10000 мкг/см^3 в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают навеску алюминия массой 1,0000 г и приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, и 1 см^3 азотной кислоты. Пробирку закрывают крышкой, помещают в систему HotBlock при температуре 90°С и выдерживают до полного растворения металла. Пробирку достают, охлаждают в течение 15 мин, открывают, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку. Срок хранения раствора — один год.

6.2.10 При приготовлении раствора магния массовой концентрации 2000 мкг/см^3 в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают навеску магния массой 0,4000 г и приливают 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5. Через 15 мин пробирку закрывают крышкой и нагревают в системе HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения металла. Пробирку достают, охлаждают в течение 5 мин, открывают, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку. Срок хранения раствора — один год.

6.2.11 При приготовлении раствора натрия массовой концентрации 5000 мкг/см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1,2710 г хлористого натрия, добавляют 50 см^3 воды для растворения соли, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку. Срок хранения раствора — один год.

6.2.12 При приготовлении раствора калия массовой концентрации 5000 мкг/см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,9534 г хлористого калия, добавляют 50 см^3 воды для растворения соли, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку. Срок хранения раствора — один год.

6.2.13 При приготовлении раствора фосфора массовой концентрации 2000 мкг/см^3 в мерную колбу вместимостью 200 см^3 помещают 0,7427 г аммония фосфорнокислого однозамещенного, добавляют 50 см^3 воды для растворения соли, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку. Срок хранения раствора — один год.

6.2.14 При приготовлении раствора титана массовой концентрации 2500 мкг/см^3 в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают навеску титана массой 0,2500 г и приливают 3 см^3 воды, 3 см^3 азотной кислоты и 2 см^3 фтористоводородной кислоты. Через 15 мин пробирку закрывают крышкой, нагревают в системе HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения металла. Пробирку достают, охлаждают в течение 5 мин, открывают, после охлаждения раствор переливают в пластиковую мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку. Срок хранения раствора — один год.

6.2.15 При приготовлении раствора марганца массовой концентрации 1000 мкг/см^3 в полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают навеску марганца массой 0,2000 г и приливают 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:3. Пробирку закрывают крышкой, помещают в систему HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения металла. Пробирку достают, охлаждают в течение 15 мин, открывают, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку. Срок хранения раствора — один год.

6.2.16 Приготовление многокомпонентного раствора

При приготовлении раствора висмута, кадмия, кобальта, свинца и цинка в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают по 0,1000 г висмута, кадмия, кобальта, свинца и цинка, приливают 25 см^3 азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:3. Через 15 мин пробирку закрывают крышкой, нагревают в системе HotBlock при температуре 90°С и выдерживают до полного растворения металлов.

При приготовлении раствора никеля и молибдена в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают по 0,1000 г никеля и молибдена, приливают 5 см^3 азотной кислоты и 1 см^3 фтористоводородной кислоты. Через 15 мин пробирку закрывают крышкой, нагревают в системе HotBlock при температуре 90°С и выдерживают до полного растворения металлов.

При приготовлении раствора мышьяка, сурьмы, селена и олова в полипропиленовую пробирку помещают по 0,1000 г мышьяка, сурьмы, селена и олова, приливают 10 см^3 соляной кислоты и 2 см^3

азотной кислоты. Через 15 мин пробирку закрывают крышкой, нагревают в системе HotBlock при температуре 90°С и выдерживают до полного растворения металлов.

При приготовлении раствора рения в полипропиленовую пробирку помещают 0,1440 г перрената аммония, добавляют 20 $см^3$ воды для растворения соли.

В мерную колбу вместимостью 2000 $см^3$ приливают 1000 $см^3$ воды, 300 $см^3$ соляной кислоты и приготовленные растворы из полипропиленовых пробирок. Первую, вторую, третью полипропиленовые пробирки ополаскивают 10 $см^3$ соляной кислоты. Вводят 10 $см^3$ стандартного образца раствора ртути, доливают объем раствора водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку для хранения.

Массовая концентрация мышьяка, висмута, кадмия, кобальта, молибдена, никеля, свинца, рения, сурьмы, селена, олова, цинка 50 мкг/$см^3$, ртути — 5 мкг/$см^3$.

Срок хранения раствора — один год.

6.3 Приготовление градуировочных растворов

6.3.1 Приготовление градуировочного раствора МР0

Для приготовления градуировочного раствора МР0 в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ приливают 20 $см^3$ раствора скандия и 15 $см^3$ соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку для хранения.

Срок хранения раствора — три месяца.

6.3.2 Приготовление градуировочного раствора МР1

Для приготовления градуировочного раствора МР1 в тефлоновую пробирку-автоклав помещают навеску кремния массой 0,1000 г, приливают 10 $см^3$ воды, 4 $см^3$ азотной кислоты, 1 $см^3$ фтористоводородной кислоты. Пробирку-автоклав герметизируют и нагревают в системе HotBlock при температуре от 140 °С до 150 °С в течение 10 мин, охлаждают до комнатной температуры, открывают, приливают 10 $см^3$ раствора скандия, по 2,5 $см^3$ растворов меди, свинца и цинка. Раствор переносят в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора — три месяца.

6.3.3 Приготовление градуировочного раствора МР2

Для приготовления градуировочного раствора МР2 в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ приливают 15 $см^3$ соляной кислоты, по 20 $см^3$ растворов скандия и железа, по 1 $см^3$ растворов цинка и свинца, по 5 $см^3$ растворов меди и серы, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку для хранения.

Срок хранения раствора — три месяца.

6.3.4 Приготовление градуировочного раствора МР3

Для приготовления градуировочного раствора МР3 в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ приливают 15 $см^3$ соляной кислоты, 20 $см^3$ раствора скандия, 1,0 $см^3$ многокомпонентного раствора, 0,2 $см^3$ раствора серебра, по 2,5 $см^3$ растворов фосфора и марганца, 5 $см^3$ раствора калия и 1 $см^3$ раствора натрия, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку для хранения.

Срок хранения раствора — три месяца.

6.3.5 Приготовление градуировочного раствора МР4

Для приготовления градуировочного раствора МР4 в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ приливают 15 $см^3$ соляной кислоты, 20 $см^3$ раствора скандия, 4,0 $см^3$ многокомпонентного раствора, 1,0 $см^3$ раствора серебра, по 0,5 $см^3$ растворов марганца и фосфора, 1 $см^3$ раствора калия и 5 $см^3$ раствора натрия, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку для хранения.

Срок хранения раствора — три месяца.

6.3.6 Приготовление градуировочного раствора МР5

Для приготовления градуировочного раствора МР5 в тефлоновую пробирку-автоклав помещают навеску кремния массой 0,0650 г, приливают 10 $см^3$ воды, 4 $см^3$ азотной кислоты и 1 $см^3$ фтористоводородной кислоты. Пробирку-автоклав герметизируют и нагревают в системе HotBlock при температуре от 140 °С до 150 °С в течение 10 мин, охлаждают до комнатной температуры, открывают, приливают 8 $см^3$ соляной кислоты, 10 $см^3$ раствора скандия, 2,5 $см^3$ раствора железа, 2 $см^3$ раствора алюминия, 4 $см^3$ раствора кальция и 1 $см^3$ раствора магния. Раствор переносят в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора — три месяца.

6.3.7 Приготовление градуировочного раствора МР6

Для приготовления градуировочного раствора МР6 в тефлоновую пробирку-автоклав помещают навеску кремния массой 0,0500 г, приливают 10 $см^3$ воды, 4 $см^3$ азотной кислоты, 1 $см^3$ фтористоводородной кислоты. Пробирку-автоклав герметизируют и нагревают в системе HotBlock при температуре от 140 °С до 150 °С в течение 10 мин, охлаждают до комнатной температуры, открывают, приливают 8 $см^3$ соляной кислоты, 10 $см^3$ раствора скандия, 0,5 $см^3$ раствора алюминия, 1 $см^3$ раствора кальция, 5 $см^3$ раствора магния и 2 $см^3$ раствора серы. Раствор переносят в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора — три месяца.

Массовая концентрация компонентов в градуировочных растворах приведена в таблице 3.

Таблица 3 — Массовая концентрация компонентов в градуировочных растворах

В процентах

Компонент	Растворы для градуировки						
	МР0	МР1	МР2	МР3	МР4	МР5	МР6
Медь	0	5	10	—	—	—	—
Сера	0	—	16,06	—	—	—	6,42
Железо	0	—	40	—	—	10	—
Диоксид кремния	0	85,57	—	—	—	55,62	42,79
Серебро	0	—	—	0,005	0,025	—	—
Кадмий	0	—	—	0,01	0,04	—	—
Кобальт	0	—	—	0,01	0,04	—	—
Молибден	0	—	—	0,01	0,04		
Никель	0	—	—	0,01	0,04	—	—
Рений	0	—	—	0,01	0,04	—	—
Ртуть	0	—	—	0,001	0,004	—	—
Оксид натрия	0	—	—	1,34	6,70	—	—
Оксид калия	0	—	—	6,00	1,20	—	—
Оксид магния	0	—	—	—	—	3,334	16,67
Оксид алюминия	0	—	—	—	—	15,11	3,778
Селен, мышьяк, олово	0	—	—	0,01	0,04	—	—
Свинец	0	5	2	0,01	0,04		
Цинк	0	5	2	0,01	0,04	—	—
Висмут	0	—	—	0,01	0,04	—	—
Сурьма	0	—	—	0,01	0,04	—	—
Оксид кальция	0	—	—	—	—	22,40	5,60
Оксид марганца	0	—	—	0,6456	0,1291	—	—
Оксид титана	0	—	—	2,085	0,417	—	—
Оксид фосфора	0	—	—	2,291	0,4583	—	—

Примечание — Допускается подготовка и использование других градуировочных растворов, при условии обеспечения диапазонов концентраций, приведенных в таблице 3.

6.4 Построение градуировочных графиков

Определение градуировочных характеристик, обработку и хранение результатов градуировки проводят с использованием стандартного программного обеспечения, входящего в комплект спектрометра.

Все измерения интенсивности линий определяемых компонентов выполняют в соответствии с таблицей 4 относительно интенсивностей линий скандия:

- Sc 188,060 нм;
- Sc 255,237 нм;
- Sc 335,373 нм.

Выполняют не менее двух параллельных измерений аналитических сигналов компонентов в каждом градуировочном растворе.

Таблица 4 — Отнесение линий компонентов

Группа	Линия скандия, нм/обзор плазмы	Рекомендуемые длины волн, нм
1 группа	188,060/аксиальный	Мышьяк — 189,042
		Висмут — 223,061
		Кадмий — 214,438
		Кобальт — 228,616
		Ртуть — 184,950
		Молибден — 202,030
		Никель — 231,604
		Рений — 197,312
		Сурьма — 206,833
		Селен — 196,090
		Свинец — 182,205
		Сера — 182,034
		Олово — 189,989
		Фосфор — 178,284
2 группа	391,181/аксиальный	Серебро — 328,068
3 группа	255,237/радиальный	Алюминий — 396,152
		Кальций — 317,933
		Медь — 213,598
		Железо — 233,280
		Калий — 769,896
		Кремний — 212,412
		Магний — 279,079
		Марганец — 257,610
		Натрий — 589,592
		Титан — 337,280
		Цинк — 206,200

Примечание — Допускается применение других длин волн при условии обеспечения требуемых метрологических характеристик.

6.5 Параметры измерений

Устанавливают параметры измерений на спектрометрах серии iCAP 6000/7000 Duo (модели iCAP 6300 Duo, iCAP 6500 Duo, iCAP 7400 Duo, iCAP 7600 Duo) в соответствии с таблицей 5.

Таблица 5 — Параметры измерений

Наименование параметра	Характеристика
Обзор плазмы	Аксиальный и радиальный
Число параллельных измерений	2
Время промывки до анализа, с	25—40
Время интегрирования детектора, с Радиальный обзор Аксиальный обзор	 10 10
Примечание — Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности атомно-эмиссионного спектрометра (за исключением параметра «время интегрирования детектора»).	

6.6 Параметры источника индуктивно связанной плазмы

Мощность плазмы, расход аргона и другие параметры устанавливают, чтобы достигнуть оптимальных значений по чувствительности и точности определения компонентов.

Таблица 6 — Параметры источника индуктивно связанной плазмы

Наименование параметра	Характеристика
Мощность, подводимая к плазме, Вт	1150
Скорость вращения перистальтического насоса во время промывки и во время измерений, об/мин	60
Расход распылительного потока аргона, $дм^3$/мин	0,6
Распылитель	Концентрический, для работы с фтористоводородной кислотой — типа ARG-07-PFA2
Распылительная камера	Тефлоновая циклонная
Инжектор горелки	Корундовый, внутренний диаметр — 2 мм
Расход вспомогательного потока аргона, $дм^3$/мин	0,5
Расход охлаждающего потока аргона, $дм^3$/мин	12
Примечание — Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены для достижения максимальной чувствительности атомно-эмиссионного спектрометра.	

7 Выполнение измерений

7.1 Навеску руды массой 0,2500 г помещают в тефлоновую пробирку-автоклав вместимостью 50 $см^3$. В пробирку-автоклав приливают 8 $см^3$ соляной кислоты, 2 $см^3$ фтористоводородной кислоты и 0,5 $см^3$ азотной кислоты. Пробирку-автоклав герметизируют и нагревают в системе HotBlock при температуре от 140 °С до 150 °С в течение 60 мин. Пробирку-автоклав вынимают, охлаждают до комнатной температуры, открывают и вводят 10 $см^3$ раствора скандия. Раствор переносят в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

Одновременно проводят холостой опыт.

7.2 Выполнение измерений проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра.

7.3 Массовую долю компонентов устанавливают по градуировочным графикам.

8 Обработка результатов измерений

8.1 Обработку и хранение результатов измерений массовой концентрации определяемого компонента в пробе проводят с использованием программного обеспечения, входящего в комплект спектрометра.

8.2 За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности P = 0,95) предела повторяемости r, приведенных в таблице 2.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1).

8.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 2. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

Библиография

[1] ТУ 113-12-112—89 Мышьяк металлический для полупроводниковых соединений, особо чистый

[2] ТУ 48-4-417—87 Скандия окись марки ОС-99,998

УДК 622.343—15:546.77.06:006.354 МКС 73.060.99

Ключевые слова: руды медные, руды полиметаллические, измерение массовой доли меди и примесей методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой, градуировочный график, диапазон измерений, показатель точности

БЗ 8—2017/109

Редактор *М.В. Терехина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.Е. Кругова*

Сдано в набор 18.09.2017. Подписано в печать 09.10.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10. Тираж 23 экз. Зак. 1761.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru