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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
34247—
2017**

КОНЦЕНТРАТ МЕДНЫЙ

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
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. № 1103-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34247—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 1
3 Характеристики показателей точности измерений 2
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 11

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОНЦЕНТРАТ МЕДНЫЙ

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

Copper concentrate. 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 медный концентрат 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, контролю точности результатов измерений — по 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 2,50 до 50,00 включ.	Калия оксид	От 0,10 до 2,50 включ.
Сера	От 10,0 до 50,0 включ.	Магния оксид	От 0,10 до 2,50 включ.
Железо	От 0,50 до 50,00 включ.	Серебро	От 0,0010 до 0,20 включ.
Кремния диоксид	От 0,50 до 40,00 включ.	Кадмий	От 0,0010 до 0,10 включ.
Мышьяк	От 0,010 до 1,0 включ.	Кобальт	От 0,0010 до 0,10 включ.
Сурьма	От 0,010 до 1,0 включ.	Марганец	От 0,0010 до 0,10 включ.
Цинк	От 0,010 до 10,0 включ.	Никель	От 0,0010 до 0,10 включ.
Висмут	От 0,010 до 0,10 включ.	Молибден	От 0,0010 до 0,50 включ.
Вольфрам	От 0,010 до 0,10 включ.	Селен	От 0,0050 до 0,10 включ.
Алюминия оксид	От 0,10 до 10,0 включ.	Олово	От 0,0050 до 0,10 включ.
Кальция оксид	От 0,10 до 5,0 включ.	Свинец	От 0,010 до 5,00 включ.
Натрия оксид	От 0,10 до 2,50 включ.	—	—

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 123—2008 Кобальт. Технические условия

Издание официальное

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 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 19761—91 Проволока вольфрамовая для источников света. Технические условия

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 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.

3 Характеристики показателей точности измерений

Точность измерений массовой доли компонентов соответствует характеристикам, приведенным в таблице 2 (при $P = 0,95$).

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

[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.

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 2,50 до 10,00 включ.	0,10	0,13	0,15
	Св. 10,00 » 15,00 »	0,15	0,18	0,21
	» 15,00 » 20,00 »	0,18	0,19	0,26
	» 20,00 » 25,00 »	0,21	0,21	0,29
	» 25,00 » 40,00 »	0,23	0,25	0,33
	» 40,00 » 50,00 »	0,33	0,33	0,47
Сера	От 10,00 до 15,00 включ.	0,25	0,25	0,40
	Св. 15,0 » 20,0 »	0,4	0,3	0,5
	» 20,0 » 30,0 »	0,6	0,6	0,8
	» 30,0 » 40,0 »	0,8	0,8	1,2
	» 40,0 » 50,0 »	1,0	1,0	1,4
Железо	От 0,50 до 2,00 включ.	0,14	0,10	0,20
	Св. 2,00 » 5,00 »	0,25	0,20	0,30
	» 5,00 » 20,00 »	0,42	0,35	0,60
	» 20,0 » 30,0 »	0,6	0,5	0,8
	» 30,0 » 50,0 »	1,0	0,9	1,2
Кремния диоксид	От 0,50 до 2,00 включ.	0,14	0,10	0,20
	Св. 2,00 » 5,00 »	0,25	0,20	0,30
	» 5,00 » 20,00 »	0,42	0,35	0,60
	» 20,0 » 30,0 »	0,6	0,5	0,8
	» 30,0 » 50,0 »	1,0	0,9	1,2
Мышьяк, сурьма	От 0,010 до 0,020 включ.	0,006	0,005	0,008
	Св. 0,020 » 0,040 »	0,010	0,010	0,015
	» 0,040 » 0,100 »	0,027	0,025	0,038
	» 0,10 » 0,25 »	0,04	0,04	0,06
	» 0,25 » 1,00 »	0,06	0,06	0,09
Цинк	От 0,010 до 0,020 включ.	0,006	0,005	0,008
	Св. 0,020 » 0,040 »	0,010	0,010	0,015
	» 0,040 » 0,100 »	0,027	0,025	0,038
	» 0,10 » 0,25 »	0,04	0,04	0,06
	» 0,25 » 1,00 »	0,06	0,06	0,09
	» 1,00 » 2,50 »	0,10	0,12	0,14
	» 2,50 » 10,00 »	0,20	0,24	0,28
Висмут, вольфрам	От 0,010 до 0,020 включ.	0,003	0,003	0,004
	Св. 0,020 » 0,040 »	0,006	0,006	0,009
	» 0,04 » 0,100 »	0,014	0,013	0,019
Оксид алюминия	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 кальция	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
Оксиды натрия, калия, 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

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
Серебро	От 0,0010 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	0,0019
	» 0,010 » 0,025 »	0,002	0,002	0,003
	» 0,025 » 0,100 »	0,004	0,004	0,006
	» 0,100 » 0,200 »	0,006	0,006	0,009
Кадмий, кобальт, марганец, никель	От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0003	0,0003	0,0004
	Св. 0,0020 » 0,004 »	0,0006	0,0006	0,0009
	» 0,0040 » 0,0100 »	0,0014	0,0013	0,0019
	» 0,010 » 0,025 »	0,002	0,002	0,003
	» 0,025 » 0,100 »	0,004	0,004	0,006
Молибден	От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0004	0,0004	0,0006
	Св. 0,0020 » 0,0040 »	0,0008	0,0008	0,0012
	» 0,004 » 0,010 »	0,002	0,002	0,003
	» 0,010 » 0,025 »	0,004	0,004	0,006
	» 0,025 » 0,100 »	0,010	0,010	0,015
	» 0,10 » 0,20 »	0,02	0,02	0,03
	» 0,20 » 0,50 »	0,04	0,04	0,06
Селен, олово	От 0,005 до 0,020 включ.	0,002	0,002	0,003
	Св. 0,02 » 0,040 »	0,005	0,005	0,008
	» 0,040 » 0,100 »	0,010	0,010	0,015
Свинец	От 0,010 до 0,020 включ.	0,003	0,003	0,004
	Св. 0,020 » 0,040 »	0,006	0,006	0,009
	» 0,040 » 0,100 »	0,014	0,013	0,019
	» 0,10 » 0,25 »	0,02	0,02	0,03
	» 0,25 » 1,00 »	0,06	0,06	0,09
	» 1,00 » 2,50 »	0,09	0,09	0,14
	» 2,50 » 5,00 »	0,10	0,13	0,17

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, с 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.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную в соотношении 1:1, 1:3, 1:5;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную в соотношении 1:1 и 1:2;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- аргон газообразный высшего сорта по ГОСТ 10157;
- серебро по ГОСТ 6836 не ниже марки Ср 99,9;
- алюминий по ГОСТ 11069 не ниже марки А95;
- мышьяк металлический ос.ч.[1)];
- висмут по ГОСТ 10928 марки Ви00;
- оксид кальция: навеску кальция углекислого по ГОСТ 4530, х.ч., 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.
- кадмий по ГОСТ 1467 марки не ниже Кд0;
- кобальт по ГОСТ 123 марки не ниже К1;
- медь по ГОСТ 859 марки не ниже М0;
- калий хлористый по ГОСТ 4234, х.ч.;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч;
- магний по ГОСТ 804 марки Мг-90;
- железо восстановленное или порошок железный по ГОСТ 9849;
- марганец по ГОСТ 6008 марки Мр00;
- сурьма по ГОСТ 1089 не ниже марки Су000;
- свинец по ГОСТ 22861 не ниже марки С00;
- оксид скандия марки ОС-99,998[2)];
- олово по ГОСТ 860 не ниже марки О1пч;
- селен по ГОСТ 10298 не ниже марки СТ1;
- цинк по ГОСТ 3640 не ниже марки Ц0;
- вольфрам по ГОСТ 19761 не ниже марки ВРН;
- кремний по ГОСТ 19658, полупроводниковой чистоты;
- молибден по ГОСТ 27266 не ниже марки МРН;
- никель по ГОСТ 849 не ниже марки Н1;
- стандарт-титр серной кислоты 0,1 н (1/2 H_2SO_4).

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 медных концентратов в смеси: соляной, фтористоводородной и азотной кислотах 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 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.

6.2.3 При приготовлении раствора цинка массовой концентрации 1000 мкг/см^3 в полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают навеску цинка массой 0,2000 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 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.

6.2.4 При приготовлении раствора свинца массовой концентрации 1000 мкг/см^3 в полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают навеску свинца массой 0,2000 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 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.

6.2.5 При приготовлении раствора молибдена массовой концентрации 500 мкг/см^3 в полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают навеску молибдена массой 0,1000 г и приливают 5 см^3 азотной кислоты и 1 см^3 фтористоводородной кислоты. Через 15 мин пробирку закрывают крышкой, помещают в систему 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.

6.2.6 При приготовлении раствора мышьяка массовой концентрации 1000 мкг/см^3 в полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают навеску мышьяка массой 0,2000 г и приливают 2 см^3 азотной кислоты и 6 см^3 соляной кислоты. Через 15 мин пробирку закрывают крышкой, помещают в систему 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.

6.2.7 При приготовлении раствора сурьмы массовой концентрации 1000 мкг/см^3 в полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают навеску сурьмы массой 0,2000 г и приливают 2 см^3 азотной кислоты и 6 см^3 соляной кислоты. Через 15 мин пробирку закрывают крышкой, помещают в систему 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.

6.2.8 При приготовлении раствора алюминия массовой концентрации 1000 мкг/см^3 в полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают навеску алюминия массой 0,2000 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 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.

6.2.9 При приготовлении раствора магния массовой концентрации 1000 $мкг/см^3$ в полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$ помещают навеску магния массой 0,2000 г и приливают 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5. Через 15 мин пробирку закрывают крышкой, помещают в систему 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.

6.2.10 При приготовлении раствора натрия массовой концентрации 1000 $мкг/см^3$ в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$ помещают 0,5083 г хлористого натрия, приливают 20 $см^3$ воды для растворения соли, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку. Срок хранения раствора — один год.

6.2.11 При приготовлении раствора калия массовой концентрации 1000 $мкг/см^3$ в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$ помещают 0,3814 г хлористого калия, приливают 20 $см^3$ 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 кальция массовой концентрации 1000 $мкг/см^3$ в полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$ помещают навеску оксида кальция массой 0,2798 г и приливают 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1. Через 15 мин пробирку закрывают крышкой, помещают в систему 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.

6.2.13 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 в течение 5 мин. Пробирку достают, охлаждают в течение 5 мин, приливают соляной кислоты до метки 25 $см^3$. Пробирку закрывают крышкой, помещают в систему HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения хлорида серебра. Пробирку достают, охлаждают в течение 5 мин, открывают, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, доливают соляной кислотой, разбавленной в соотношении 1:2, до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку. Срок хранения раствора — один год.

6.2.14 Приготовление многокомпонентного раствора

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

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

При приготовлении раствора селена и олова в полиэтиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$ помещают по 0,1000 г селена и олова, приливают 5 $см^3$ соляной кислоты и 1 $см^3$ азотной кислоты. Через 15 мин пробирку закрывают крышкой, помещают в систему HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения металлов.

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 и третью полипропиленовые пробирки ополаскивают 10 $см^3$ соляной кислоты. Доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку для хранения.

Массовая концентрация висмута, кадмия, кобальта, марганца, никеля, селена, олова, вольфрама — 50 $мкг/см^3$. Срок хранения раствора — один год.

6.3 Приготовление градуировочных растворов

6.3.1 Приготовление градуировочного раствора МК0

Для приготовления градуировочного раствора МК0 в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ приливают 20 $см^3$ раствора скандия и 1 $см^3$ азотной 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 МК1

Для приготовления градуировочного раствора МК1 в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$ помещают навеску меди массой 0,0400 г, железа массой 0,1000 г, приливают 3 $см^3$ соляной кислоты и 1 $см^3$ азотной кислоты. Пробирку закрывают крышкой, помещают в систему HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения металлов. Пробирку достают, охлаждают в течение 5 мин, открывают, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. В колбу приливают 15 $см^3$ соляной кислоты, 12,5 $см^3$ раствора серы, по 2 $см^3$ растворов цинка и свинца, по 0,4 $см^3$ растворов мышьяка и сурьмы, 20 $см^3$ раствора скандия. Полученный раствор доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку для хранения. Срок хранения раствора — три месяца.

6.3.3 Приготовление градуировочного раствора МК2

Для приготовления градуировочного раствора МК2 в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$ помещают навеску меди массой 0,0700 г, железа массой 0,0700 г. В пробирку приливают 3 $см^3$ соляной кислоты и 1 $см^3$ азотной кислоты. Пробирку закрывают крышкой, помещают в систему HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения металлов. Пробирку достают, охлаждают в течение 5 мин, открывают, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. В колбу приливают 15 $см^3$ соляной кислоты, 8,5 $см^3$ раствора серы, по 5 $см^3$ растворов цинка и свинца, по 1 $см^3$ растворов мышьяка и сурьмы, 20 $см^3$ раствора скандия. Полученный раствор доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку для хранения. Срок хранения раствора — три месяца.

6.3.4 Приготовление градуировочного раствора МК3

Для приготовления градуировочного раствора МК3 в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$ помещают навеску меди массой 0,1000 г и железа массой 0,0400 г. В пробирку приливают 3 $см^3$ соляной кислоты и 1 $см^3$ азотной кислоты. Пробирку закрывают крышкой, помещают в систему HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения металлов. Пробирку достают, охлаждают до комнатной температуры, открывают, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. В колбу приливают 18 $см^3$ соляной кислоты, 5 $см^3$ раствора серы, по 10 $см^3$ растворов цинка и свинца, по 2 $см^3$ растворов мышьяка и сурьмы, 20 $см^3$ раствора скандия. Полученный раствор доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку для хранения. Срок хранения раствора — три месяца.

6.3.5 Приготовление градуировочного раствора МК4

Для приготовления градуировочного раствора МК4 в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ приливают 18 $см^3$ соляной кислоты, 1 $см^3$ многокомпонентного раствора, 2 $см^3$ раствора молибдена, 4 $см^3$ раствора серебра, 20 $см^3$ раствора скандия. Полученный раствор доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку для хранения. Срок хранения раствора — три месяца.

6.3.6 Приготовление градуировочного раствора МК5

Для приготовления градуировочного раствора МК5 в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ приливают 20 $см^3$ соляной кислоты, 4 $см^3$ многокомпонентного раствора, 0,5 $см^3$ раствора молибдена, 1 $см^3$ раствора серебра, 20 $см^3$ раствора скандия. Полученный раствор доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку для хранения. Срок хранения раствора — три месяца.

6.3.7 Приготовление градуировочного раствора МК6

Для приготовления градуировочного раствора МК6 в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$ помещают навеску кремния массой 0,0500 г, приливают 5 $см^3$ воды, 2 $см^3$ азотной кислоты, 1 $см^3$ фтористоводородной кислоты. Через 15 мин пробирку закрывают крышкой, помещают в систему HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения кремния. Пробирку достают, охлаждают до комнатной температуры, открывают, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. В колбу приливают 18 $см^3$ соляной кислоты, по 2 $см^3$ растворов алюминия

и кальция, по 1 см^3 растворов калия, магния, натрия, 20 см^3 раствора скандия, 20 см^3 воды. Полученный раствор доливают водой до метки и перемешивают. Раствор немедленно переливают в пластиковую банку для хранения.

6.3.8 Приготовление градуировочного раствора МК7

Для приготовления градуировочного раствора МК7 в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают навеску кремния массой 0,0250 г, приливают 5 см^3 воды, 2 см^3 азотной кислоты, 1 см^3 фтористоводородной кислоты. Через 15 мин пробирку закрывают крышкой, помещают в систему HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения кремния. Пробирку достают, охлаждают до комнатной температуры, открывают, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. В колбу приливают 15 см^3 соляной кислоты, по 10 см^3 растворов алюминия, кальция, по 5 см^3 растворов калия, магния, натрия, 20 см^3 раствора скандия, 20 см^3 воды. Полученный раствор доливают водой до метки и перемешивают. Раствор немедленно переливают в пластиковую банку для хранения.

Таблица 3 — Массовая концентрация компонентов в градуировочных растворах

В процентах

Компонент	Градуировочные растворы							
	МК0	МК1	МК2	МК3	МК4	МК5	МК6	МК7
Медь	0	20	35	50	—	—	—	—
Железо	0	50	35	20	—	—	—	—
Сера	0	50,2	34,14	20,08	—	—	—	—
Свинец, цинк	0	1	2,5	5	—	—	—	—
Мышьяк, сурьма	0	0,2	0,5	1	—	—	—	—
Висмут, кадмий, кобальт, марганец	0	—	—	—	0,025	0,100	—	—
Никель, селен, олово, вольфрам	0	—	—	—	0,025	0,100	—	—
Серебро	0	—	—	—	0,25	0,0625	—	—
Молибден	0	—	—	—	0,500	0,125	—	—
Диоксид кремния	0	—	—	—	—	—	53,50	26,75
Оксид алюминия	0	—	—	—	—	—	1,889	9,445
Оксид кальция	0	—	—	—	—	—	1,40	7,00
Оксид калия	0	—	—	—	—	—	0,602	3,04
Оксид магния	0	—	—	—	—	—	0,8335	4,1675
Оксид натрия	0	—	—	—	—	—	0,674	3,37

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 335,373 нм;
- Sc 391,181 нм.

Таблица 4 — Отнесение линий компонентов

Группа	Линия скандия, нм/обзор плазмы	Рекомендуемые длины волн, нм
1-я группа	188,060/радиальный	Мышьяк — 189,042
		Кальций — 184,006
		Медь — 213,598
		Мышьяк — 189,042
		Железо — 233,280
		Свинец — 182,205
		Сера — 182,034
		Олово — 189,989
		Кремний — 212,412
		Цинк — 200,200
2-я группа	335,373/аксиальный	Алюминий — 396,152
		Висмут — 223,061
		Кадмий — 214,438
		Кобальт — 228,616
		Магний — 279,079
		Марганец — 257,610
		Молибден — 202,030
		Никель — 231,604
		Сурьма — 206,833
		Селен — 196,090
		Вольфрам — 239,709
3-я группа	391,181/аксиальный	Серебро — 328,068
		Калий — 769,896
		Натрий — 589,592
Примечание — Допускается применение других длин волн при условии обеспечения требуемых метрологических характеристик.		

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

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

Окончания таблицы 5

Наименование параметра	Характеристика
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, об/мин	60
Расход распылительного потока аргона, $дм^3$/мин	0,6
Распылитель	Концентрический, для работы с фтористоводородной кислотой — типа ARG-07-USS2
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 медного концентрата массой 0,1000 г помещают в тефлоновую пробирку-автоклав вместимостью 50 $см^3$. В пробирку-автоклав приливают 9 $см^3$ соляной кислоты, 0,5 $см^3$ фтористоводородной кислоты, 2 $см^3$ азотной кислоты. Пробирку-автоклав герметизируют и нагревают в системе HotBlock при температуре 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 (пункт 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] Технические условия ТУ 113-12-112—89 Мышьяк металлический для полупроводниковых соединений, особо чистый

[2] Технические условия 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: концентрат медный, измерение массовой доли меди и примесей методом атомно-эмиссионной спектрометрии, градуировочный график, диапазон измерений, показатель точности

БЗ 8—2017/108

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Е.Е. Кругова*

Сдано в набор 18.09.2017. Подписано в печать 04.10.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10. Тираж 25 экз. Зак. 1710.
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