ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 8658— 2017

МАТЕРИАЛЫ УГЛЕРОДНЫЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЯ

Сырой и прокаленный кокс. Определение содержания микропримесей элементов методом пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии

(ISO 8658:1997, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Уральский электродный институт» (ОАО «Уралэлектродин») на основе собственного перевода на русский язык указанного в пункте 4 стандарта

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 109 «Электродная продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 16 августа 2017 г. № 899-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 8658:1997 «Материалы углеродные для производства алюминия. Сырой и прокаленный кокс. Определение содержания микропримесей элементов методом пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии» (ISO 8658:1997 «Carbonaceous materials for use in the production of aluminium — Green and calcined coke — Determination of trace elements by flame atomic absorption spectroscopy», IDT).

Международный стандарт ИСО 8658 подготовлен Британским институтом стандартов (BSI) (как BS 6043: Part 2: Section 2.3:1989) и принят по специальной ускоренной процедуре Техническим комитетом ISO/TS 47 «Химия» параллельно с утверждением комитетами — членами ИСО.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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

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

Поправка к ГОСТ Р ИСО 8658—2017 Материалы углеродные для производства алюминия. Сырой и прокаленный кокс. Определение содержания микропримесей элементов методом плазменной атомно-абсорбционной спектроскопии

В каком месте	Напечатано	Должно быть
С.1	**Дата введения — 2018—07—01**	**Дата введения — 2018—08—01**

(ИУС № 1 2018 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ УГЛЕРОДНЫЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЯ

Сырой и прокаленный кокс. Определение содержания микропримесей элементов методом пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии

Carbonaceous materials for use in the production of aluminium.
Green and calcined coke. Determination of trace elements by flame atomic absorption spectroscopy

Дата введения — 2018—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания микропримесей элементов в сыром и прокаленном коксе с содержанием золы не более 1 % и концентрациями отдельных элементов, указанных ниже:

- кальций, не более 0,025 % по массе;
- хром, не более 0,005 % по массе;
- медь, не более 0,025 % по массе;
- железо, не более 0,030 % по массе;
- свинец, не более 0,010 % по массе;
- магний, не более 0,010 % по массе;
- марганец, не более 0,001 % по массе;
- никель, не более 0,050 % по массе;
- кремний, не более 0,100 % по массе;
- ванадий, не более 0,100 % по массе;
- цинк, не более 0,004 % по массе.

Примечание — Метод определения золы в коксах приведен в ИСО 8005:1984, Материалы углеродные для производства алюминия. Сырой и прокаленный кокс. Определение золы (ISO 8005:1984 Carbonaceous materials used in the production of aluminium — Green and calcined coke — Determination of ash content). Золу, полученную этим методом, не рекомендуется использовать в данном стандарте ввиду риска загрязнения определяемыми элементами.

2 Нормативные ссылки

Для применения данного документа обязательны следующие нормативные документы. На время публикации указанные издания были действующими. Все стандарты подлежат пересмотру, и странам — участникам соглашений на основе этого международного стандарта рекомендуется исследовать возможность применения самых последних изданий указанных ниже нормативных документов. Страны — члены ИСО и МЭК выпускают указатели действующих международных стандартов.

ISO 385-1:1984 Laboratory glassware — Burettes — Part 1: General requirements (Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования)

ISO 835-1:1981 Laboratory glassware — Graduated pipettes — Part 1: General requirements (Посуда лабораторная стеклянная. Мерные пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования)

ISO 1042:1983 Laboratory glassware — One-mark mhmetric flasks (Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой)

ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытания)

Издание официальное

ISO 6375:1980 Carbonaceous materials used in the production of aluminium — Cokes pour electrodes — Sampling (Материалы углеродные для производства алюминия. Кокс для электродов. Отбор проб)

3 Сущность метода

Анализируемую пробу нагревают в муфельной печи при температуре 700 °С в течение 10 ч. Полученную золу плавят в смеси карбоната натрия и ортоборной кислоты. Расплав растворяют в разбавленной соляной кислоте и полученный раствор анализируют на содержание микропримесей элементов с использованием метода пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии.

4 Реактивы

В процессе анализа, если нет иных указаний, используют реактивы аналитической чистоты и воду, соответствующую второму классу по ИСО 3696.

4.1 Карбонат натрия, безводный.

4.2 Ортоборная кислота.

4.3 Соляная кислота, концентрированная, концентрация 36 % по массе, плотность 1,16 г/мл.

4.4 Раствор хлорида лантана, концентрация 100 мг La/мл, специальный раствор для атомной абсорбции, $c(LaCl_2 \cdot 7H_2O)$ = 267 г/л.

4.5 Стандартный раствор кальция, концентрация 0,1 мг Ca/мл

Карбонат кальция (аналитической чистоты) сушат при температуре (110 ± 5) °С в течение одного часа и охлаждают в эксикаторе, содержащем пентоксид фосфора. Берут навеску (2,497 ± 0,001) г и помещают в химический стакан вместимостью 250 мл. Добавляют 50 мл воды, затем небольшими порциями 50 мл концентрированной соляной кислоты (4.3). Когда раствор станет прозрачным, переносят его в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл (5.6). Доводят до объема водой и перемешивают. Хранят в полиэтиленовой бутыли.

С помощью пипетки с одной меткой (5.8) переносят 10 мл раствора в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл (5.6). Добавляют приблизительно 20 мл воды и 5 мл соляной кислоты (4.3). Доводят до метки водой и перемешивают.

4.6 Стандартный раствор хрома, концентрация 0,1 мг Cr/мл

Промывают декантированием приблизительно 1,2 г металлического хрома чистоты не менее 99,9 % разбавленной соляной кислотой [c(HCl) = 1 моль/л], затем промывают водой и сушат в печи с циркулирующим воздухом при температуре (110 ± 5) °С в течение 10 мин.

Берут навеску (1 ± 0,001) г высушенного хрома в стакан вместимостью 250 мл, содержащий примерно 50 мл воды. Медленно приливают 50 мл концентрированной соляной кислоты (4.3). После растворения переносят его в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл (5.6).

Доводят до объема водой и перемешивают. Хранят в полиэтиленовой бутыли.

С помощью пипетки с одной меткой (5.8) переносят 10 мл раствора в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл (5.6). Добавляют приблизительно 20 мл воды и 5 мл концентрированной соляной кислоты. Доводят до метки водой и перемешивают. Хранят в полиэтиленовой бутыли.

4.7 Стандартный раствор меди, концентрация 0,1 мг Cu/мл

Промывают декантированием приблизительно 1,2 г металлической меди чистоты не менее 99,9 % разбавленной азотной кислотой [$c(HNO_3)$= 2 моль/л], затем промывают водой и сушат в печи с циркулирующим воздухом при температуре (110 ± 5) °С в течение 10 мин.

Берут навеску (1 ± 0,001) г высушенной меди в стакан вместимостью 250 мл, содержащий примерно 25 мл воды. Медленно приливают 35 мл концентрированной азотной кислоты (ρ = 1,42 г/мл). После растворения переносят его в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл (5.6). Доводят до объема водой и перемешивают. Хранят в полиэтиленовой бутыли.

4.8 Стандартный раствор железа, концентрация 1 мг Fe/мл

Берут навеску (1 ± 0,001) г железа чистоты не менее 99,9 % в стакан вместимостью 250 мл, содержащий примерно 25 мл воды. Медленно приливают 50 мл концентрированной соляной кислоты (4.3).

После растворения переносят его в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл (5.6). Доводят до объема водой и перемешивают. Хранят в полиэтиленовой бутыли.

4.9 Стандартный раствор магния, концентрация 0,01 мг Mg/мл

Берут навеску (1 ± 0,001) г магния чистоты не менее 99,9 % в стакан вместимостью 250 мл, содержащий примерно 50 мл воды.

Медленно приливают 50 мл концентрированной соляной кислоты (4.3). После растворения переносят его в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл (5.6). Доводят до объема водой и перемешивают. Хранят в полиэтиленовой бутыли. С помощью пипетки с одной меткой (5.8) переносят 10 мл раствора в мерную колбу вместимостью 1000 мл (5.6). Добавляют приблизительно 50 мл воды и 45 мл концентрированной соляной кислоты (4.3). Доводят до метки водой и перемешивают.

4.10 Стандартный раствор марганца, концентрация 0,1 мг Mn/мл

Промывают декантированием приблизительно 1,2 г металлического марганца чистоты не менее 99,9 % разбавленной азотной кислотой [$c(HNO_3)$ = 2 моль/л], затем промывают водой и сушат в печи с циркулирующим воздухом при температуре (110 ± 5) °С в течение 10 мин. Берут навеску (1 ± 0,001) г высушенного марганца в стакан вместимостью 250 мл, содержащий примерно 25 мл воды. Медленно приливают 35 мл концентрированной азотной кислоты (ρ = 1,42 г/мл). После растворения переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл (5.6). Доводят до объема водой и перемешивают. Хранят в полиэтиленовой бутыли.

С помощью пипетки с одной меткой (5.8) переносят 10 мл раствора в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл (5.6). Добавляют приблизительно 50 мл воды и 3 мл концентрированной азотной кислоты (ρ = 1,42 г/мл). Доводят до метки водой и перемешивают.

4.11 Стандартный раствор никеля, концентрация 1 мг Ni/мл

Берут навеску (1 ± 0,001) г никеля чистоты не менее 99,9 % в стакан вместимостью 250 мл, содержащий примерно 25 мл воды. Медленно приливают 35 мл концентрированной азотной кислоты (ρ = 1,42 г/мл) и нагревают для растворения. После растворения переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл (5.6). Доводят до объема водой и перемешивают. Хранят в полиэтиленовой бутыли.

4.12 Стандартный раствор свинца, концентрация 1 мг Pb/мл

Берут навеску (1 ± 0,001) г свинца чистоты не менее 99,9 % в стакан вместимостью 250 мл, содержащий примерно 25 мл воды. Медленно приливают 35 мл концентрированной азотной кислоты (ρ = 1,42 г/мл) и нагревают для растворения. После растворения переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл (5.6). Доводят до объема водой и перемешивают. Хранят в полиэтиленовой бутыли.

4.13 Стандартный раствор кремния, концентрация 1 мг Si/мл

В платиновую чашку или большой платиновый тигель берут навеску 2,139 г диоксида кремния чистоты не менее 99,9 % и 6 г безводного карбоната натрия (4.1) и тщательно перемешивают платиновым шпателем. Осторожно плавят эту смесь над пламенем, пока не получится прозрачный расплав. Дают остыть, добавляют теплой воды, осторожно нагревают до полного растворения и переносят в стакан из политетрафторэтилена вместимостью 400 мл. Дают остыть. Разбавляют раствор примерно до 300 мл водой, переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл (5.6). Доводят до объема водой и перемешивают. Быстро переносят раствор в полиэтиленовую бутыль с завинчивающейся крышкой. Срок хранения один месяц.

4.14 Стандартный раствор ванадия, концентрация 1 мг V/мл

Нагревают оксид ванадия чистоты не менее 99,9 % в закрытом платиновом тигле (5.9) при температуре (500 ± 10) °С в течение 30 мин и охлаждают в эксикаторе. Берут навеску 1,785 г просушенного материала и растворяют в небольшом избытке гидроксида натрия [c(NaOH) = 1 моль/л] в стакане из политетрафторэтилена, затем разбавляют водой до объема примерно 250 мл. Осторожно добавляют мелкими порциями концентрированную серную кислоту [$c(0{,}5H_2SO_4)$ = 9 моль/л], пока раствор не станет кислым (по лакмусовой бумажке), затем добавляют еще 5 мл. Охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл (5.6). Доводят до объема водой и перемешивают.

4.15 Стандартный раствор цинка, концентрация 0,1 мг Zn/мл

Берут навеску (1 ± 0,001) г цинка чистоты не менее 99,9 % в стакан вместимостью 100 мл и добавляют примерно 25 мл воды. Медленно приливают 25 мл концентрированной соляной кислоты (4.3) и нагревают для растворения. После растворения переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл (5.6). Доводят до объема водой и перемешивают.

С помощью пипетки с одной меткой (5.8) переносят 10 мл раствора в мерную колбу вместимостью 100 мл (5.6). Добавляют приблизительно 20 мл воды и 5 мл концентрированной соляной кислоты (4.3). Доводят до метки водой и перемешивают.

5 Аппаратура

Используется стандартное лабораторное оборудование. Все стеклянное и пластмассовое оборудование перед применением промывается концентрированной соляной кислотой (4.3) и ополаскивается водой.

5.1 Спектрометр атомно-абсорбционного типа, оснащенный горелкой с питанием от баллонов с ацетиленом, закисью азота и сжатым воздухом. Длина волны испускания и ширина щели могут быть различными.

5.2 Электрическая муфельная печь, поддерживающая температуру на уровне (700 ± 10) °С.

5.3 Горелка Мекера.

5.4 Сито в полиэтиленовой рамке и с полиэфирной сеткой с размером ячеек от 500 до 1000 мкм.

5.5 Пестик и ступка, изготовленные из спеченного глинозема или из черных металлов с вольфрамовым покрытием.

Примечание — Другой материал для пестика и ступки не подходит.

5.6 Мерные колбы с одной меткой, по ИСО 1042, класс А.

5.7 Бюретки, 25 мл, по ИСО 385-1, класс А.

5.8 Пипетки с одной меткой, по ИСО 385-1, класс А.

5.9 Платиновые тигли, с крышкой, вместимостью 40 мл

Для очистки помещают примерно 2,5 г безводного карбоната натрия (4.1) и 1 г ортоборной кислоты (4.2) в каждый тигель и перемешивают. Закрывают крышками, затем плавят смесь на горелке Мекера (5.3). Охлаждают и растворяют затвердевший расплав в концентрированной соляной кислоте (4.3) и споласкивают водой. Сушат в печи при температуре (110 ± 5) °С, затем охлаждают в эксикаторе.

5.10 Платиновая палочка или шпатель.

6 Отбор проб

Готовят дробленую репрезентативную пробу кокса в соответствии с ИСО 6375, используя щековую дробилку, облицованную карбидом вольфрама и сито в полиэтиленовой рамке и с полиэфирной сеткой с размером ячеек 5 мм.

7 Проведение анализа

7.1 Подготовка пробы для испытания

Тщательно перемешивают раздробленную пробу (см. раздел 6) и сокращают ее методом конусообразования и квартования примерно до 50 г. Измельчают сокращенную пробу в ступке пестиком (5.5) до такого размера частиц, чтобы материал проходил через сито (5.4). Тщательно перемешивают.

7.2 Проба для анализа

Берут навеску (5 ± 0,001) г пробы в тарированный платиновый тигель (5.9). Помещают тигель без крышки в холодную муфельную печь (5.2).

Поднимают постепенно температуру в печи и поддерживают на уровне (700 ± 10) °С в течение 10 ч. Извлекают тигель с золой, дают остыть в эксикаторе и быстро взвешивают.

Возвращают тигель с золой в печь на два часа и продолжают цикл нагревания, охлаждения и взвешивания, пока последовательные результаты взвешивания будут отличаться не более чем на 1 мг.

7.3 Подготовка градуировочных растворов

7.3.1 Градуировочные растворы А

В каждый из четырех химических стаканов вместимостью 600 мл добавляют (2,5 ± 0,1) г безводного карбоната натрия (4.1) и (10 ± 0,1) г ортоборной кислоты (4.2) и 300 мл воды. Тщательно перемешивают. Осторожно добавляют 90 мл концентрированной соляной кислоты (4.3). После растворения переносят содержимое каждого стакана в одну из четырех мерных колб с одной меткой вместимостью 1000 мл (5.6), с ярлычками А1, А2, А3 и А4.

С помощью чистых пипеток с одной меткой (5.8) добавляют объем каждого стандартного раствора, указанный в таблице 1, в соответствующую колбу. Разбавляют каждый раствор до метки водой и перемешивают.

Примечания

1 Стандартный раствор кремния рекомендуется добавлять осторожно, при помешивании круговыми движениями, чтобы избежать возможного выпадения осадка.

2 Концентрации соответствующих элементов приведены в таблице 2.

Таблица 1 — Состав градуировочных растворов А

Градуировочный раствор	Объемы стандартных растворов, мл								
	Cr (4.6) 0,1 мг/мл	Cu (4.7) 0,1 мг/мл	Fe (4.8) 0,1 мг/мл	Mn (4.10) 0,1 мг/мл	Ni (4.11) 0,1 мг/мл	Pb (4.12) 0,1 мг/мл	Si (4.13) 0,1 мг/мл	V (4.14) 0,1 мг/мл	Zn (4.15) 0,1 мг/мл
А1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
А2	10,0	10,0	10,0	2,0	10,0	2,0	25,0	25,0	10,0
А3	30,0	15,0	20,0	5,0	30,0	5,0	50,0	50,0	20,0
А4	50,0	25,0	30,0	10,0	50,0	10,0	100,0	100,0	40,0

Таблица 2 — Концентрации элементов в градуировочных растворах А

Градуировочный раствор	Концентрация, мкг/мл								
	Cr	Cu	Fe	Mn	Ni	Pb	Si	V	Zn
А1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
А2	1,0	10,0	10,0	0,2	10,0	2,0	25,0	25,0	1,0
А3	3,0	15,0	20,0	0,5	30,0	5,0	50,0	50,0	2,0
А4	5,0	25,0	30,0	1,0	50,0	10,0	100,0	100,0	4,0

7.3.2 Градуировочные растворы В

В химический стакан вместимостью 100 мл добавляют (2,5 ± 0,1) г безводного карбоната натрия (4.1) и (1 ± 0,1) г ортоборной кислоты (4.2) и 30 мл воды.

Осторожно добавляют 10 мл концентрированной соляной кислоты (4.3). После растворения переносят содержимое стакана в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл (5.6), доводят до метки водой и перемешивают.

С помощью бюретки (5.7) переносят порциями по 20 мл этого раствора в каждую из четырех мерных колб с одной меткой (5.6) вместимостью 100 мл, снабженных ярлычками В1, В2, В3 и В4. В каждую колбу добавляют 10 мл раствора хлорида лантана (4.4) из бюретки (5.7) и 4,5 мл концентрированной соляной кислоты (4.3). Чистыми пипетками с одной меткой (5.8) добавляют объем, указанный в таблице 3, каждого стандартного раствора в соответствующую колбу. Разбавляют каждый раствор до метки водой и перемешивают.

Таблица 3 — Состав градуировочных растворов В

Градуировочный раствор	Объем стандартного раствора кальция (4.5), мл	Концентрация кальция, мкг/мл	Объем стандартного раствора магния (4.9), мл	Концентрация магния, мкг/мл
В1	0,0	0,0	0,0	0,0
В2	1,0	1,0	5,0	0,5
В3	3,0	3,0	10,0	1,0
В4	5,0	5,0	20,0	2,0

7.4 Определение

7.4.1 Приготовление анализируемого раствора А

В тигель, содержащий озоленную пробу для анализа (см. 7.2), добавляют (1,25 ± 0,01) г безводного карбоната натрия (4.1) и (0,5 ± 0,01) г ортоборной кислоты (4.2). Перемешивают платиновой палочкой или шпателем (5.10). Накрывают крышкой и плавят в тигле золу на горелке Мекера (5.3) в течение от 14 до 15 мин. Дают остыть. Добавляют 15 мл воды в тигель и осторожно нагревают до частичного растворения затвердевшего расплава. Переносят содержимое тигля в химический стакан вместимостью 100 мл, споласкивая тигель и крышку теплой водой объемом 10 мл, затем концентрированной соляной кислотой объемом 6 мл (4.3). Продолжают осторожно нагревать. Когда раствор станет прозрачным, охлаждают его до комнатной температуры, переносят в мерную колбу с одной меткой (5.6) вместимостью 50 мл, доводят до объема водой и перемешивают.

7.4.2 Приготовление анализируемого раствора В

С помощью пипетки (5.8) переносят 5 мл анализируемого раствора А в мерную колбу с одной меткой вместимостью 25 мл (5.6). Из бюретки (5.7) добавляют 2,5 мл раствора хлорида лантана (4.4) и 1,0 мл концентрированной соляной кислоты (4.3), доводят до метки и перемешивают.

7.4.3 Приготовление холостых растворов А и В

В соответствии с процедурами, описанными в 7.4.1 и 7.4.2 соответственно, но без анализируемой пробы (см. 7.2).

7.4.4 Спектрометрические измерения

7.4.4.1 Подготовка к измерению каждого элемента

Устанавливают в спектрометр (5.1) соответствующую лампу с полым катодом.

Регулируют ток в лампе по инструкциям изготовителя и дают прибору прогреться в течение 10 мин. Выбирают ширину щели и длину волны в соответствии с таблицей 4. Настраивают горелку, чтобы получить соответствующий тип пламени в соответствии с таблицей 4 и зажигают горелку по инструкциям изготовителя. При распылении раствора, содержащего искомый элемент, оптимизируют положение головки горелки, состояние пламени и эффективность распыления.

Устанавливают время считывания интегрированных данных не менее чем на 5 с; если в приборе имеется микропроцессор, обеспечивающий многократное считывание, то устанавливают на четыре показания за 5 с с выводом на принтер среднего значения и стандартного отклонения.

Распыляют воду и обнуляют показание абсорбции.

7.4.4.2 Измерение

Для каждого анализируемого элемента готовят прибор в соответствии с рекомендациями 7.4.4.1. Завершают все измерения этого элемента, а затем меняют установочные параметры для измерения следующего элемента.

Вводят соответствующие анализируемые, градуировочные и холостые растворы (например, анализируемый раствор А с градуировочными растворами от А1 до А4) в произвольной последовательности через регулярные интервалы времени и считывают все показания дважды, во втором случае в обратном порядке, чтобы компенсировать дрейф. Рассчитывают среднее значение параллельных показаний для каждого из растворов.

8 Расчет и представление результатов

8.1 Градуировочная кривая

Для каждого анализируемого элемента вводят поправку средних значений оптической плотности соответствующих градуировочных растворов А2 — А4 или В2 — В4 вычитанием значений оптической плотности соответствующего градуировочного раствора А1 или В1. Строят градуировочную кривую, нанося на график зависимость скорректированной оптической плотности от концентрации элемента в микрограммах на литр.

Таблица 4 — Условия спектрофотометрических измерений

Элемент	Пламя	Длина волны, нм	Ширина щели, нм
Ca	Закись азота/ацетилен (восстановительное, красное)	422,7	0,7
Cr	Воздух/ацетилен (восстановительное, насыщенное, желтое)	357,9	0,7
Cu	Воздух/ацетилен (восстановительное, ненасыщенное, синее)	324,8	0,7
Fe	Воздух/ацетилен (восстановительное, ненасыщенное, синее)	248,3	0,2
Mg	Воздух/ацетилен (восстановительное, ненасыщенное, синее)	285,2	0,7
Mn	Воздух/ацетилен (восстановительное, ненасыщенное, синее)	279,5	0,2
Ni	Воздух/ацетилен (восстановительное, ненасыщенное, синее)	232,0	0,2
Pb	Воздух/ацетилен (восстановительное, ненасыщенное, синее)	283,3	0,7
Si	Закись азота/ацетилен (восстановительное, насыщенное, красное)	251,6	0,2
V	Закись азота/ацетилен (восстановительное, насыщенное, красное)	318,4	0,7
Zn	Воздух/ацетилен (восстановительное, ненасыщенное, синее)	213,9	0,7

8.2 Расчет

Для каждого анализируемого элемента вычитают оптическую плотность соответствующего холостого раствора А или В из оптической плотности анализируемого раствора А или В. Используя скорректированное значение оптической плотности и градуировочную кривую, полученную для того же самого элемента, получают соответствующее значение концентрации.

Рассчитывают содержание каждого элемента в процентах по массе в анализируемой пробе по формулам:

Формула А:

$$E_A = \frac{c \cdot 50}{m \cdot 10^6} \cdot 100, \quad (1)$$

Формула В:

$$E_B = \frac{c \cdot 50 \cdot 25}{m \cdot 10^6 \cdot 5} \cdot 100, \quad (2)$$

где E_A — процент по массе элемента E в анализируемой пробе, определенный из анализируемого раствора А;

E_B — процент по массе элемента E в анализируемой пробе, определенный из анализируемого раствора В;

c — концентрация искомого элемента, полученная по соответствующей градуировочной кривой, мкг/л;

50 — объем анализируемого раствора А, мл;

5 — объем анализируемого раствора А, разбавленного анализируемым раствором В, мл;

25 — объем анализируемого раствора В, мл;

m — масса анализируемой пробы, г.

9 Прецизионность

В связи с отсутствием данных межлабораторных испытаний прецизионность этого метода не определена. Как только данные межлабораторного эксперимента будут получены, в настоящий стандарт в ходе очередного пересмотра будет введено заявление о прецизионности.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

a) детали, необходимые для полной идентификации пробы;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) результаты, выраженные в соответствии с разделом 8;

d) все события, происходящие в процессе определения и влияющие на результат испытания;

e) все действия, не включенные в настоящий стандарт или считающиеся необязательными.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным и межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального и межгосударственного стандарта
ISO 385-1:1984	MOD	ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) «Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования»
ISO 835-1:1981	MOD	ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования»
ISO 1042:1983	MOD	ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия»
ISO 3696:1987	MOD	ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696—1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия»
ISO 6375:980	IDT	ГОСТ Р ИСО 6375—2015 «Материалы углеродные для производства алюминия. Кокс для электродов. Отбор проб»

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированные стандарты.

УДК 621.3.035:006.354 ОКС 71.100.10

Ключевые слова: материалы углеродные, производство алюминия, сырой и прокаленный кокс, микропримеси элементов, метод пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии

БЗ 5—2017/15

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.А. Ворониной*

Сдано в набор 18.08.2017. Подписано в печать 22.08.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,24. Тираж 21 экз. Зак. 1502.
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