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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33580— 2015

УГОЛЬ АКТИВИРОВАННЫЙ

Стандартный метод определения растворимого в кислоте железа атомно-абсорбционной спектрометрией

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

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 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 октября 2015 г. № 81-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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 марта 2016 г. № 150-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33580—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 6647—01 (Reapproved 2011) Standard Test Method for Determination of Acid Soluble Iron Via Atomic Absorption (Стандартный метод определения растворимого в кислоте железа атомной абсорбцией).

Стандарт разработан комитетом ASTM D28 «Активированный уголь», и непосредственную ответственность за разработку метода несет подкомитет D28.02 «Оценка жидкой фазы».

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

Официальные экземпляры стандарта ASTM, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и стандартов ASTM, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам ASTM приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

6 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, 2016

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УГОЛЬ АКТИВИРОВАННЫЙ

Стандартный метод определения растворимого в кислоте железа атомно-абсорбционной спектрометрией

Activated carbon. Standard test method for determination of acid soluble iron via atomic absorption spectrometry

Дата введения — 2017—04—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания растворимого в кислоте железа гранулированных и порошкообразных активированных углей с использованием атомно-абсорбционной спектрометрии с прямой аспирацией. Для экстракции железа используют соляную кислоту. Настоящий метод не предназначен непосредственно для определения общей концентрации железа в пробе.

1.2 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Меры предосторожности приведены в разделе 8.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

2.1 Стандарты ASTM[1)]

ASTM D 2652 Terminology Relating to Activated Carbon (Терминология, относящаяся к активированному углю)

ASTM D 1193 Specification for Reagent Water (Спецификация лабораторной воды)

ASTM E 11 Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves (Спецификация на проволочную ситоткань и испытательные сита)

ASTM E 177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods (Практика использования терминов прецизионности и отклонения в методах испытаний по ASTM)

ASTM E 287 Specification for Laboratory Glass Graduated Burets (Спецификация стеклянных градуированных лабораторных бюреток)

ASTM E 288 Specification for Laboratory Glass Volumetric Flasks (Спецификация стеклянных мерных лабораторных колб)

ASTM E 300 Practice for Sampling Industrial Chemicals (Практика отбора проб промышленных химических продуктов)

[1)] Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM: www.as|gost.e-ecolog.ru оддержки клиентов ASTM: gost.e-ecolog.ru информационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к сводке стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

Издание официальное

2.2 Публикация NIST

Circular 602 Testing of Glass Volumetric Apparatus (Испытания стеклянной мерной посуды)[2)]

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применены термины по ASTM D 2652, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1.1 **атомная абсорбция** (atomic absorption): В пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии пробу распыляют в пламя и атомизируют. Световой поток проходит через пламя и попадает в монохроматор и на детектор, который определяет количество света, поглощенного атомизированными элементами в пламени. Поскольку каждый металл имеет собственную характерную ему длину волны поглощения, то используют лампу-излучатель для данного элемента. Количество энергии при характерной длине волны, поглощенной в пламени, пропорционально концентрации элемента в пробе в ограниченном диапазоне концентраций.

4 Сущность метода

4.1 Представительную пробу материала для анализа отбирают по ASTM E 300. Пробу определенной массы измельчают таким образом, чтобы не менее чем 95 % массы пробы проходило через сито 325 меш. Измельченную пробу сушат в сушильном шкафу и затем смешивают с разбавленной соляной кислотой. Раствор кипятят в течение 5 мин до образования растворимых хлоридов железа, затем охлаждают и фильтруют. Остатки на фильтре промывают водой. Затем фильтрат количественно переносят в стакан. Концентрацию железа в фильтрате измеряют методом атомной абсорбции, используя стандартные растворы. Концентрацию растворимого в кислоте железа рассчитывают относительно массы исходной пробы.

5 Назначение и применение

5.1 При использовании активированного угля в процессах кислотной очистки, обработки кислых пищевых продуктов, химической очистки, осветления и др., то есть в процессах, в которых железо может выщелачиваться из угля, применение отмытых кислотой углей уменьшает или полностью предотвращает «захват цвета» в сточных водах или продуктах.

5.2 Пределы обнаружения, чувствительность и оптимальные диапазоны определения зависят от модели атомно-абсорбционного спектрометра (спектрофотометра).

Основные характеристики спектрометра:

5.2.1 лампа с полым катодом на железо;

5.2.2 длина волны — 248,3 нм;

5.2.3 горючее вещество — ацетилен (высокой чистоты);

5.2.4 окислитель — воздух (из линии подачи сжатого воздуха, лабораторного компрессора или баллона сжатого воздуха — все должно быть чистым и сухим);

5.2.5 тип пламени — окислительное;

5.2.6 также могут быть использованы следующие линии:

248,8 нм — относительная чувствительность 2;

271,9 нм — относительная чувствительность 4;

302,1 нм — относительная чувствительность 5;

252,7 нм — относительная чувствительность 6;

372,0 нм — относительная чувствительность 10.

5.3 Метод предназначен для углей с концентрациями растворимого в кислоте железа 0,0030 % — 0,050 %. Для углей с более высокой концентрацией железа используют большее разбавление пробы или меньшие аликвоты.

5.4 Необходимо удостовериться, что в матрице пробы нет вмешательств других металлов.

[2)] Документы доступны в Национальном институте стандартов и технологий США (The National Institute of Standards and Technology, NIST, 100 Bureau Dr., Stop 1070, Gaithersburg, MD 20899-1070, gost.e-ecolog.ru

5.5 Во избежание получения ошибочных результатов необходимо следить, чтобы ни один железный инструмент не контактировал ни с одной из проб или раствором, используемыми в процессе испытания. Допускается применять только стекло, керамику или пластик.

6 Аппаратура

6.1 Атомно-абсорбционный спектрометр (спектрофотометр), состоящий из источника света, излучающего линейный спектр элемента (см. 5.2.1), устройства для распыления пробы (обычно пламя), средства (приспособление, устройство) изоляции линии поглощения (монохроматор или фильтр и регулируемая щель — см. 5.2.2 и 5.2.6), а также фотоэлектрического детектора и связанного с ним электронного усилителя и измерительного оборудования.

6.2 Низкие лабораторные стаканы Гриффина вместимостью 400 мл из боросиликатного стекла или аналогичные.

6.3 Градуированный цилиндр вместимостью 100 мл.

6.4 Фильтровальная колба с боковой трубкой вместимостью 250 мл.

6.5 Воронка Бюхнера размера D внутренним диаметром 71 мм.

6.6 Бумажный фильтр Ватман № 3 диаметром 7,0 см или аналогичный.

6.7 Колбы вместимостью 50, 100, 250, 500 и 1000 мл.

6.8 Пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10, 25 и 100 мл.

6.9 Сито 325 меш.

6.10 Аналитические весы с точностью взвешивания ±0,0001 г.

6.11 Электрическая плитка.

Примечание 1 — Все измерительное оборудование должно соответствовать или превышать требования публикации NIST Circular 602. Мерное оборудование, соответствующее этим техническим требованиям, обычно обозначается как «Класс А». Также см. технические требования ASTM E 287 и ASTM E 288.

7 Реактивы

7.1 Чистота реактивов. Для всех испытаний используют реактивы квалификации ч. д. а. (reagent grade), то есть все реактивы должны соответствовать техническим требованиям Комитета по анализу реактивов Американского химического общества (Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society), где такие требования можно найти. Могут быть использованы реактивы других марок при условии предварительного подтверждения достаточно высокой степени чистоты, сохраняющей точность определения.

7.2 Чистота воды. Вода должна соответствовать техническим требованиям, установленным для лабораторной воды типа II по ASTM D 1193.

7.3 Стандартный раствор железа № I: полностью растворяют 0,1000 г железной проволоки С.Р. в 20 мл концентрированной соляной кислоты квалификации ч. д. а. и 50 мл воды. Отстаивают в течение ночи. Аккуратно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 л и доливают до метки водой. Тщательно перемешивают. Получают раствор, содержащий 0,1 мг железа на 1 мл.

7.4 Стандартный раствор железа № II: пипеткой переносят 100 мл стандартного раствора железа № I в мерную колбу вместимостью 1 л. Доливают до метки водой. Тщательно перемешивают. Получают раствор, содержащий 0,01 мг железа на 1 мл.

Примечание 2 — Допускается использование растворов железа, которые можно приобрести в магазинах химических веществ и реактивов. При этом необходимо обеспечить соответствие таких реактивов установленным требованиям.

8 Меры предосторожности

8.1 Существует несколько потенциальных опасностей, связанных с проведением настоящего испытания. Настоящий стандарт не претендует на полноту описания всех мер безопасности, если таковые имеются, связанных с его использованием. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

8.1.1 При работе с соляной кислотой необходимо использовать средства индивидуальной защиты, включая резиновые перчатки, лабораторный фартук и защитные очки. При работе с химическими

веществами необходимо соблюдать осторожность и использовать исправную лабораторную технику. Необходимо избегать контакта с соляной кислотой или кислотными парами. Следует проявлять осторожность, чтобы избежать ожогов при обращении с различными растворами в ходе проведения настоящего испытания.

8.1.2 Атомно-абсорбционный спектрометр должен вентилироваться в соответствии с инструкцией по эксплуатации фирмы-изготовителя для того, чтобы рассеивать дым и пар, образующиеся при горении пламени. Данная мера предосторожности позволяет защитить персонал лаборатории от токсичных паров, прибор — от паров, вызывающих коррозию, и пламя — от воздействия сквозняков.

8.1.3 Пользователь стандарта должен соблюдать требования по безопасной утилизации всех используемых реактивов и проб, установленные федеральными законами и иными нормативными актами.

9 Подготовка пробы

9.1 Отбирают представительную пробу угля по ASTM E 300. Представительной для данного метода испытаний является проба массой 10 г.

10 Проведение испытания

10.1 Проведение градуировки

10.1.1 Для тех приборов, которые не считывают концентрацию напрямую, градуировочный график строят так, чтобы покрыть подходящий диапазон концентрации. Обычно это означает приготовление градуировочных растворов со значением абсорбции (оптической плотности) от 0,0 до 0,7 единиц. Градуировочные растворы получают разбавлением базовых растворов во время анализа. Для получения наилучших результатов градуировочные растворы должны быть свежеприготовленными для анализа каждой партии проб.

10.1.2 Приготавливают холостой и несколько градуировочных растворов следующим образом. Холостой раствор: пипеткой переносят 25,0 мл концентрированной соляной кислоты в мерную колбу вместимостью 250 мл и доливают до метки водой. В соответствии с 10.12—10.16 определяют значение абсорбции раствора холостого опыта (0 % растворимого в кислоте железа). Градуировочные растворы: пипеткой переносят 1,0; 3,0; 5,0 и 10,0 мл стандартного раствора железа № II (см. раздел 7) в отдельные мерные колбы вместимостью 50 мл. Повторяют процедуры по 10.12—10.16 для определения значения абсорбции для каждого градуировочного раствора с измеренным содержанием растворимого в кислоте железа. На миллиметровой бумаге отмечают значения абсорбции в зависимости от концентрации железа в градуировочных растворах (мг/мл). Эта процедура позволит построить кривую на основе четырех точек, соответствующих концентрациям 0,0002, 0,0006, 0,001 и 0,002 мг/мл. Полученную градуировочную кривую (график) используют при окончательной обработке результатов.

10.2 Данная процедура может быть применена как для порошкообразного, так и для гранулированного активированного угля. При испытаниях гранулированного угля измельчают примерно 10 г пробы до тех пор, пока не менее чем 95 % ее массы не будут проходить через сито 325 меш (набор сит — см. ASTM E 11). Порошкообразный уголь может также нуждаться в дополнительном измельчении для приведения его в соответствие с указанными выше требованиями.

10.3 Пробу высушивают в сушильном шкафу при температуре 150 °С в течение 3 ч, после чего охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

10.4 Взвешивают 5 г высушенной пробы с точностью до 0,1 мг и записывают результат. Данная масса представляет собой массу пробы (*SW*), которую используют при расчетах в разделе 11.

10.5 Аккуратно перемещают массу пробы в чистый стакан вместимостью 400 мл.

10.6 Осторожно добавляют 100,0 мл воды и 25 мл концентрированной соляной кислоты в стакан и взбалтывают содержимое до тех пор, пока уголь не намокнет.

10.7 Ставят стакан на электрическую плитку и кипятят 5 мин. Накрывают стакан смотровым стеклом, чтобы сократить испарение жидкости в течение 5 мин кипячения.

10.8 Снимают стакан с плитки и дают ему остыть до комнатной температуры.

10.9 Фильтруют смесь под вакуумом через фильтровальную воронку Бюхнера, используя бумажный фильтр Ватман № 3 или его эквивалент. Фильтр готовят заранее, для этого его смачивают водой и создают вакуум до попадания пробы на фильтр.

10.10 Промывают уголь, оставшийся на бумажном фильтре, несколькими порциями воды объемом 5 мл.

10.11 Аккуратно перемещают фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 мл и доливают водой до метки. Тщательно перемешивают. Если предполагают, что концентрация растворимого в кислоте железа составляет более 0,03 %, то фильтрат можно разбавить до 500 мл. Данный объем представляет собой начальный объем (*IV*), который используют в расчетах, поэтому его необходимо записать.

10.12 Пипеткой переносят 25,0 мл аликвоты раствора в мерную колбу вместимостью 50,0 мл. Доливают до метки водой и тщательно перемешивают. Данная аликвота представляет собой значение аликвоты (*AT*) в расчетах ниже, а данный объем представляет собой итоговый объем (*FV*), также используемый в расчетах. Полученные значения записывают.

10.13 Различия атомно-абсорбционных спектрометров разных марок и моделей не позволяют разработать подробную инструкцию, подходящую каждому прибору. Аналитик должен следовать инструкции производителя к конкретному прибору. В общем случае, после выбора подходящей лампы для анализа на железо (5.2) прогревают лампу в течение 15 мин (для однолучевых приборов), для двухлучевых приборов прогрев ламп необязателен. В течение этого времени настраивают прибор, устанавливают монохроматор на корректную (соответствующую анализируемому элементу) длину волны (5.2), выбирают целесообразную ширину спектральной щели и корректируют ее в соответствии с рекомендациями изготовителя прибора.

10.14 Поджигают пламя и устанавливают оптимальное соотношение потоков горючего вещества и окислителя. Регулируют горелку и скорость распыления для максимальной абсорбции и стабильности. Настраивают спектрофотометр на работу с оптимальным соотношением всех характеристик.

10.15 Вводят пробу в пламя распылением и определяют абсорбцию (оптическую плотность). Сравнивая с градуировочным графиком, определяют концентрацию железа (мг/мл) в растворенной пробе.

10.16 Рассчитывают концентрацию растворимого в кислоте железа (%) пробы согласно процедуре, описанной в разделе 11.

11 Обработка результатов

$$\text{Растворимое в кислоте железо, \%} = \frac{C\,IV\,FV\,100}{SW\,AT\,1000}, \quad (1)$$

где C — концентрация железа, мг/мл (10.15);
IV — начальный объем, мл (10.11);
FV — итоговый объем, мл (10.12);
100 — коэффициент для перевода десятичных чисел в проценты;
SW — масса пробы, г (10.4);
AT — аликвота, мл (10.12);
1000 — коэффициент для перевода граммов в миллиграммы.

12 Протокол испытаний

12.1 Протокол испытаний по настоящему методу должен содержать: значения изначального объема, итогового объема, взятой аликвоты, условий, применявшихся для спектрофотометра, а также рассчитанный результат растворимого в кислоте железа в процентах.

13 Прецизионность и смещение

13.1 Межлабораторные сравнительные испытания по настоящему методу до настоящего времени не проводились.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам ASTM

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного стандарта ASTM	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ASTM D 2652 Терминология, относящаяся к активированному углю	—	*
ASTM D 1193 Спецификация лабораторной воды	—	*
ASTM E 11 Спецификация на проволочную ситоткань и испытательные сита	—	*
ASTM E 177 Практика использования терминов прецизионности и отклонения в методах испытаний по ASTM	—	*
ASTM E 287 Спецификация стеклянных градуированных лабораторных бюреток	—	*
ASTM E 288 Спецификация стеклянных мерных лабораторных колб	—	*
ASTM E 300 Практика отбора проб промышленных химических продуктов	—	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.		

УДК 621.3.035.222.2:543.06:006.354 МКС 75.160.10 IDT

Ключевые слова: активированный уголь, стандартный метод определения, растворимое в кислоте железо, атомная абсорбция, прямая аспирация

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 14.04.2016. Подписано в печать 25.04.2016. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 31 экз. Зак. 1143.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru