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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 27981.1— 2015

МЕДЬ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Метод атомно-спектрального анализа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, 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 27 августа 2015 г. № 79-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
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 февраля 2016 г. № 50-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 27981.1—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 27981.1—88

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

© 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

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 4
6 Подготовка к выполнению измерений 5
7 Выполнение измерений 8
8 Обработка результатов измерений 9
Библиография 10

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

МЕДЬ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Метод атомно-спектрального анализа

High purity copper. Method of atomic-spectral analysis

Дата введения — 2016—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методику измерений массовых долей примесей в меди в диапазонах, представленных в таблице 1, методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой на спектрометрах, обеспечивающих аксиальное наблюдение плазмы.

Общие требования к методикам измерений, безопасности, контролю точности результатов измерений — в соответствии с ГОСТ 25086 и ГОСТ 31382.

Таблица 1—Диапазон измерений массовых долей компонентов в меди

Наименование определяемого компонента	Диапазон массовой доли компонента, $млн^{-1}$ (ppm)	Наименование определяемого компонента	Диапазон массовой доли компонента, $млн^{-1}$ (ppm)
Серебро	От 0,30 до 50,00 включ.	Никель	От 0,10 до 50,00 включ.
Алюминий	От 0,05 до 20,00 включ.	Фосфор	От 0,10 до 20,00 включ.
Мышьяк	От 0,05 до 20,00 включ.	Свинец	От 0,05 до 20,00 включ.
Золото	От 0,05 до 20,00 включ.	Сера	От 0,30 до 50,00 включ.
Висмут	От 0,30 до 20,00 включ.	Сурьма	От 0,10 до 20,00 включ.
Кадмий	От 0,03 до 20,00 включ.	Селен	От 0,30 до 20,00 включ.
Кобальт	От 0,03 до 20,00 включ.	Олово	От 0,05 до 20,00 включ.
Хром	От 0,03 до 20,00 включ.	Кремний	От 0,30 до 20,00 включ.
Железо	От 0,10 до 50,00 включ.	Теллур	От 0,50 до 20,00 включ.
Магний	От 0,010 до 20,00 включ.	Цинк	От 0,10 до 20,00 включ.
Марганец	От 0,010 до 20,00 включ.		

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные 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

Издание официальное

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 3640—94 Цинк. Технические условия

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

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

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

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

ГОСТ 6835—2002 Золото и сплавы на его основе. Марки

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

ГОСТ 9849—86 Порошок железный. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10298—79 Селен технический. Технические условия

ГОСТ 10928—90 Висмут. Технические условия

ГОСТ 11069—2001 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 22861—93 Свинец высокой чистоты. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования**

ГОСТ 25086—2011 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 31382—2009 Медь. Методы анализа

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 в меди 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.

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

В млн$^{-1}$ (ppm)

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений массовой доли компонента	Показатель точности, ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
			повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
Магний, марганец	От 0,010 до 0,03 включ.	0,30X	0,28X	0,56X
	Св. 0,03 » 0,10 »	0,24X	0,22X	0,45X
	» 0,10 » 1,00 »	0,18X	0,17X	0,34X
	» 1,00 » 10,00 »	0,09X	0,08X	0,17X
	» 10,00 » 20,00 »	0,06X	0,06X	0,11X

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Окончание таблицы 2

В млн$^{-1}$ (ppm)

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений массовой доли компонента	Показатель точности, ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
			повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
Кадмий, кобальт, хром	От 0,03 до 0,10 включ. Св. 0,10 » 1,00 » » 1,00 » 10,00 » » 10,00 » 20,00 »	0,30X 0,21X 0,12X 0,06X	0,28X 0,20X 0,11X 0,06X	0,56X 0,40X 0,22X 0,11X
Алюминий, золото, олово	От 0,05 до 0,30 включ. Св. 0,30 » 1,00 » » 1,00 » 10,00 » » 10,00 » 20,00 »	0,30X 0,21X 0,12X 0,06X	0,28X 0,20X 0,11X 0,06X	0,56X 0,40X 0,22X 0,11X
Мышьяк	От 0,05 до 0,30 включ. Св. 0,30 » 1,00 » » 1,00 » 10,00 » » 10,00 » 20,00 »	0,30X 0,21X 0,12X 0,06X	0,28X 0,20X 0,11X 0,06X	0,56X 0,40X 0,22X 0,11X
Свинец	От 0,05 до 0,30 включ. Св. 0,30 » 1,00 » » 1,00 » 10,00 » » 10,00 » 50,00 »	0,30X 0,21X 0,12X 0,06X	0,28X 0,20X 0,11X 0,06X	0,56X 0,40X 0,22X 0,11X
Железо, никель	От 0,10 до 0,30 включ. Св. 0,30 » 1,00 » » 1,00 » 10,00 » » 10,00 » 50,00 »	0,30X 0,24X 0,15X 0,09X	0,28X 0,22X 0,14X 0,08X	0,56X 0,45X 0,28X 0,17X
Фосфор, сурьма, цинк	От 0,10 до 0,30 включ. Св. 0,30 » 1,00 » » 1,00 » 10,00 » » 10,00 » 20,00 »	0,30X 0,24X 0,15X 0,09X	0,28X 0,22X 0,14X 0,08X	0,56X 0,45X 0,28X 0,17X
Серебро, сера	От 0,30 до 1,00 включ. Св. 1,00 » 3,00 » » 3,00 » 10,00 » » 10,00 » 50,00 »	0,30X 0,24X 0,18X 0,09X	0,28X 0,22X 0,17X 0,08X	0,56X 0,45X 0,34X 0,17X
Висмут, селен, кремний	От 0,30 до 1,00 включ. Св. 1,00 » 3,00 » » 3,00 » 10,00 » » 10,00 » 20,00 »	0,30X 0,24X 0,18X 0,09X	0,28X 0,22X 0,17X 0,08X	0,56X 0,45X 0,34X 0,17X
Теллур	От 0,50 до 1,00 включ. Св. 1,00 » 3,00 » » 3,00 » 10,00 » » 10,00 » 20,00 »	0,30X 0,24X 0,21X 0,12X	0,28X 0,22X 0,20X 0,11X	0,56X 0,45X 0,40X 0,22X

Примечание — X — результат измерений.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- атомно-эмиссионный спектрометр с аксиальным наблюдением плазмы, имеющий оптическое разрешение не хуже 0,006 нм на длине волны 182 нм;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104 с дискретностью 0,0001 г;
- систему для разложения проб типа HotBlock с полипропиленовыми пробирками вместимостью не менее 50 $см^3$, с делениями, с закручивающимися крышками;
- колбы мерные 2-200-2, 2-250-2, 2-500-2, 2-2000-2 по ГОСТ 1770;
- банки полиэтиленовые или полипропиленовые для хранения растворов вместимостью 200 и 2000 $см^3$;
- одноканальные автоматические пипетки вместимостью: от 0,1 до 1 $см^3$, от 1 до 5 $см^3$, от 2 до 10 $см^3$, с точностью отбора аликвот не хуже 0,3 % отн.

При выполнении измерений применяют следующие материалы, растворы:

- воду бидистиллированную или деионизированную с сопротивлением не ниже 18 Мом/см;
- кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125 и разбавленную 1:3;
- кислоту соляную особой чистоты по ГОСТ 14261 и разбавленную 1:1, 1:10;
- аргон газообразный высшего сорта по ГОСТ 10157;
- стандартный образец меди Медь-0 — медь катодная по ГОСТ 859 марки М00к или медь катодная, дополнительно очищенная по методу Чохральского;
- серебро по ГОСТ 6836;
- алюминий по ГОСТ 11069 не ниже марки А95;
- мышьяк по [1];
- золото по ГОСТ 6835;
- висмут по ГОСТ 10928 марки Ви00;
- кадмий по ГОСТ 1467 не ниже марки Кд0;
- кобальт по ГОСТ 123 не ниже марки К1Ау;
- калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, х. ч.;
- порошок железный по ГОСТ 9849;
- магний по ГОСТ 804 марки Мг90;
- марганец по ГОСТ 6008 марки Мн 998;
- никель по ГОСТ 849 не ниже марки Н-1;
- аммоний фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 3771 не ниже марки ч. д. а.;
- свинец по ГОСТ 22861 не ниже марки С00;
- стандарт-титр серной кислоты 0,1 м (1/2 H_2SO_4);
- сурьма по ГОСТ 1089 не ниже марки Су000;
- селен по ГОСТ 10298;
- натрий метасиликат 9-водный по [2];
- олово по ГОСТ 860 не ниже марки О1 пч;
- теллур металлический особой чистоты по [3] или [4];
- цинк по ГОСТ 3640 не ниже марки Ц0;
- смесь соляной и азотной кислот в соотношении 3:1.

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 методике измерений.

5 Метод измерений

Метод основан на возбуждении компонентов в плазменном разряде и измерении интенсивности атомных или ионных линий, излучаемых возбужденными атомами или ионами определяемых компонентов.

Метод предусматривает предварительное растворение образцов меди в смеси азотной и соляной кислот, которые приливают последовательно.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Подготовка прибора к выполнению измерений

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

6.2 Приготовление растворов известной концентрации

6.2.1 При приготовлении раствора серебра массовой концентрации 125 мкг/см^3 в полипропиленовую 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 соляную кислоту до метки 25 см^3. Пробирку закрывают плотно крышкой и снова 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 до метки соляной кислотой, разбавленной 1:1, и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку.

6.2.2 При приготовлении раствора А серы массовой концентрации 3208 мкг/см^3 в мерную колбу вместимостью 500 см^3 количественно переносят содержимое стандарт-титра серной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

При приготовлении раствора Б серы массовой концентрации 125 мкг/см^3 помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3 7,8 см^3 раствора А, доливают до метки водой и перемешивают.

6.2.3 Приготовление многокомпонентного раствора

При приготовлении раствора магния, кадмия, марганца, свинца и цинка в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают по 0,1000 г магния, кадмия, марганца, свинца и цинка и приливают 25 см^3 азотной кислоты, разбавленной 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 висмута, кобальта и никеля в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают по 0,1000 г висмута и кобальта, 0,25 г никеля, приливают 15 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 алюминия, мышьяка, золота, олова, сурьмы, селена, теллура, железа в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают по 0,1000 г алюминия, мышьяка, золота, олова, сурьмы, селена, теллура и 0,2500 г железа, приливают 20 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1). Через 15 мин пробирку закрывают крышкой, нагревают в системе HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения металлов.

При приготовлении раствора хрома, кремния, фосфора в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают: 0,2828 г двухромокислого калия, 1,0110 г кремнекислого натрия, 0,3714 г однозамещенного фосфорнокислого аммония и приливают 20 см^3 воды.

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. Объем раствора мерной колбы доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку для хранения.

Массовая концентрация алюминия, мышьяка, золота, висмута, кадмия, кобальта, хрома, магния, марганца, фосфора, свинца, сурьмы, олова, кремния, селена, теллура и цинка — 50 мкг/см^3, железа и никеля — 125 мкг/см^3.

6.3 Приготовление градуировочных растворов

6.3.1 Приготовление градуировочного раствора М0

Для приготовления градуировочного раствора М0 в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают 2,5000 г образца Медь-0. Для устранения поверхностных загрязнений в пробирку приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:10. Через 10 мин кислоту сливают, образец промывают водой три раза. Затем с интервалом 2 мин в пробирку приливают пять раз по 1 см^3 азотной кислоты. После прекращения выделения оксида азота приливают 4 см^3 соляной кислоты. Пробирку закрывают крышкой и нагревают в системе HotBlock при температуре 90 °С в течение 15 мин. Пробирку вынимают, охлаждают до комнатной температуры. Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

6.3.2 Приготовление градуировочного раствора М1

Для приготовления градуировочного раствора М1 в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают 2,5000 г образца Медь-0. Для устранения поверхностных загрязнений в пробирку при-

ливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:10. Через 10 мин кислоту сливают, образец промывают водой три раза. Затем с интервалом 2 мин в пробирку приливают пять раз по 1 см^3 азотной кислоты. После прекращения выделения оксида азота приливают 4 см^3 соляной кислоты. Пробирку закрывают крышкой и нагревают в системе HotBlock при температуре 90 °С в течение 15 мин. Пробирку вынимают, охлаждают до комнатной температуры. Приливают по 0,1 см^3: раствора серебра, многокомпонентного раствора и раствора Б серы. Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

6.3.3 Приготовление градуировочного раствора М2

Для приготовления градуировочного раствора М2 в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают 2,5000 г образца Медь-0. Для устранения поверхностных загрязнений в пробирку приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:10. Через 10 мин кислоту сливают, образец промывают водой три раза. Затем с интервалом 2 мин в пробирку приливают пять раз по 1 см^3 азотной кислоты. После прекращения выделения оксида азота приливают 4 см^3 соляной кислоты. Пробирку закрывают крышкой и нагревают в системе HotBlock при температуре 90 °С в течение 15 мин. Пробирку вынимают, охлаждают до комнатной температуры. Приливают по 0,25 см^3: раствора серебра, многокомпонентного раствора и раствора Б серы. Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

6.3.4 Приготовление градуировочного раствора М3

Для приготовления градуировочного раствора М3 в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 см^3 помещают 2,5000 г образца Медь-0. Для устранения поверхностных загрязнений в пробирку приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:10. Через 10 мин кислоту сливают, образец промывают водой три раза. Затем с интервалом 2 мин в пробирку приливают пять раз по 1 см^3 азотной кислоты. После прекращения выделения оксида азота приливают 4 см^3 соляной кислоты. Пробирку закрывают крышкой и нагревают в системе HotBlock при температуре 90 °С в течение 15 мин. Пробирку вынимают, охлаждают до комнатной температуры. Приливают по 1 см^3: раствора серебра, многокомпонентного раствора и раствора Б серы. Раствор доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация компонентов в градуировочных растворах в пересчете на исходную навеску меди представлена в таблице 3

Таблица 3 — Массовая концентрация компонентов в градуировочных растворах

В млн$^{-1}$ (ppm)

Наименование определяемого компонента	Раствор М0	Раствор М1	Раствор М2	Раствор М3
Серебро	0	5	12,5	50
Алюминий	0	2	5	20
Мышьяк	0	2	5	20
Золото	0	2	5	20
Висмут	0	2	5	20
Кадмий	0	2	5	20
Кобальт	0	2	5	20
Хром	0	2	5	20
Железо	0	5	12,5	50
Магний	0	2	5	20
Марганец	0	2	5	20
Никель	0	5	12,5	50
Фосфор	0	2	5	20
Свинец	0	2	5	20
Сера	0	5	12,5	50
Сурьма	0	2	5	20
Селен	0	2	5	20

Окончание таблицы 3

В млн$^{-1}$ (ppm)

Наименование определяемого компонента	Раствор М0	Раствор М1	Раствор М2	Раствор М3
Олово	0	2	5	20
Кремний	0	2	5	20
Теллур	0	2	5	20
Цинк	0	2	5	20
Примечание — Если образец Медь-0, используемый для приготовления градуировочного раствора содержит примеси, то аттестованные значения массовых долей этих примесей прибавляют к значениям, указанным в настоящей таблице. Значения массовых долей примесей должны быть переведены в ppm.				

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 относительно интенсивностей линий меди:

- Cu 197,050 нм;
- Cu 224,700 нм;
- Cu 327,982 нм.

Линии компонентов разбивают на 2 группы. Группы линий и отнесение линий определяемых компонентов к линиям меди выполняют в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4 — Группы линий и отнесение линий компонентов

Группа	Линия меди, нм	Рекомендуемые длины волн, нм
1-я группа	197,050	Мышьяк — 189,042 Висмут — 190,234 Фосфор — 178,284 Сера — 180, 731 Селен — 196,090 Кремний — 185,067 Олово — 189,989 Теллур — 182,215 Цинк — 206,200
2-я группа	224,700	Кадмий — 228,802 Магний — 279,553 Марганец — 257,610 Сурьма — 206,833
2-я группа	327,982	Серебро — 328,068 Алюминий — 396,152 Золото — 242,795 Кобальт — 345,351 Хром — 357,869 Железо — 371,994 Никель — 361,939 Свинец — 405,783

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
Режим измерений iCAP 6300 Duo iCAP 6500 Duo, iCAP 7400 Duo, iCAP 7600 Duo	 Точность Скорость
Число параллельных измерений	2
Время интегрирования детектора, с: - 1-я группа - 2-я группа	 30 30
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 (таблица 6) 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: - 1-я группа - 2-я группа	 1250 850
Скорость вращения перистальтического насоса во время промывки, об/мин	65
Скорость вращения перистальтического насоса во время измерений, об/мин	60
Время успокоения плазмы при переходе от измерений одной группы компонентов к другой, с	7
Расход распылительного потока аргона, л/мин	0,65
Распылитель	Концентрический, типа ARG-07-USS2
Распылительная камера	Циклонная
Инжектор горелки	Кварцевый, внутренний диаметр — 2 мм
Расход вспомогательного потока аргона, л/мин	0,5
Расход охлаждающего потока аргона, л/мин	12
Примечание — Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности атомно-эмиссионного спектрометра.	

7 Выполнение измерений

7.1 Навеску пробы массой 2,5000 г помещают в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$. Для устранения поверхностных загрязнений в пробирку приливают 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:10. Через 10 мин кислоту сливают, образец промывают водой три раза. Затем с интервалом 2 мин в пробирку приливают пять раз по 1 $см^3$ азотной кислоты. После прекращения выделения паров оксида азота приливают 4 $см^3$ соляной кислоты. Пробирку закрывают крышкой и нагревают в системе

HotBlock в течение 15 мин. Пробирку вынимают, охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовую долю примесей в меди определяют параллельно в двух навесках.

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

7.3 Массовую долю компонентов в меди 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 измерений 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 6-09-01-798—91 — Натрий метасиликат 9-водный для микродобавок (натрий кремнекислый мета марок А и Б)

[3] Технические условия ТУ 48-0515-028—89 — Теллур металлический особой чистоты марки «Экстра»

[4] Технические условия ТУ 48-6-99—87 — Теллур особой чистоты марки Т-А1

УДК 669.3.001.4:006.354 МКС 77.120.30

Ключевые слова: медь высокой чистоты, компонент, метод измерений, атомно-спектральный анализ, градуировочные растворы, диапазон измерений, показатель точности

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 09.03.2016. Подписано в печать 21.03.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,40. Тираж 39 экз. Зак. 812.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru