МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 28353.2— 2017

СЕРЕБРО

Метод атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

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. Порядок разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 304 «Благородные металлы, сплавы и промышленные ювелирные изделия из них», Открытым акционерным обществом «Иргиредмет», Государственным научным центром — Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет», Открытым акционерным обществом «Красноярский завод цветных металлов имени В.Н. Гулидова», Акционерным обществом «Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 сентября 2017 г. № 103-П)

За принятие проголосовали:

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

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 августа 2018 г. № 529-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 28353.2—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2019 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 56306—2014*

6 ВЗАМЕН ГОСТ 28353.2—89

*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

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 августа 2018 г. № 529-ст национальный стандарт ГОСТ Р 56306—2014 отменен с 1 февраля 2019 г.

© Стандартинформ, оформление, 2018

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 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 3
5 Точность (правильность и прецизионность) метода . . . 3
5.1 Показатели точности метода . . . 3
5.2 Правильность . . . 4
5.3 Прецизионность . . . 4
6 Требования . . . 4
6.1 Общие требования и требования безопасности . . . 4
6.2 Требования к квалификации исполнителей . . . 4
7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы . . . 5
7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование . . . 5
7.2 Материалы . . . 5
7.3 Реактивы . . . 5
8 Подготовка к анализу . . . 6
8.1 Приготовление основных растворов . . . 6
8.2 Приготовление многоэлементных промежуточных растворов . . . 7
8.3 Приготовление градуировочных образцов . . . 8
9 Проведение анализа . . . 9
9.1 Подготовка проб . . . 9
9.2 Проведение измерений . . . 9
10 Оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа . . . 10
11 Оформление результатов измерений . . . 11
12 Контроль точности результатов анализа . . . 11
12.1 Контроль промежуточной прецизионности и воспроизводимости . . . 11
12.2 Контроль правильности . . . 11
Библиография . . . 12

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕРЕБРО

Метод атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой

Silver. Method of inductively coupled plasma atomic-emission analysis

Дата введения — 2019—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на серебро с массовой долей серебра не менее 99,5 %.

Стандарт устанавливает атомно-эмиссионный с индуктивно связанной плазмой метод определения массовой доли примесей: алюминия, висмута, железа, золота, кадмия, кобальта, кремния, магния, марганца, меди, мышьяка, никеля, олова, палладия, платины, родия, свинца, селена, сурьмы, теллура, титана, хрома и цинка в серебре.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.010—2013[1)] Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения

ГОСТ OIML R 76-1—2011[2)] Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 123—2008 Кобальт. Технические условия

ГОСТ 804—93 Магний первичный в чушках. Технические условия

ГОСТ 849—2008 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 859—2014 Медь. Марки

ГОСТ 860—75 Олово. Технические условия

ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия

ГОСТ 1467—93 Кадмий. Технические условия

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

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3778—98 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-1—2003[3)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563—2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений».

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

[3)] В Российской Федерации наряду с вышеуказанным действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения».

Издание официальное

ГОСТ ИСО 5725-3—2003[1] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-4—2003[2] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-6—2003[3] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 5905—2004 (ИСО 10387:1994) Хром металлический. Технические требования и условия поставки

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

ГОСТ 9428—73 Реактивы. Кремний (IV) оксид. Технические условия

ГОСТ 10157—2016 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 12342—2015 Родий аффинированный в порошке. Технические условия

ГОСТ 13610—79 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 17614—80 Теллур технический. Технические условия

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

ГОСТ 22861—93 Свинец высокой чистоты. Технические условия

ГОСТ 22864—83[4] Благородные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

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

ГОСТ 28058—2015 Золото в слитках. Технические условия

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31290—2005 Платина аффинированная. Технические условия

ГОСТ 31291—2005 Палладий аффинированный. Технические условия

ГОСТ Р 52361—2005 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

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 заменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 8.010, ГОСТ Р 52361, ГОСТ ИСО 5725-1 и [1].

---

[1] В Российской Федерации наряду с вышеуказанным действует ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений».

[2] В Российской Федерации наряду с вышеуказанным действует ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений».

[3] В Российской Федерации наряду с вышеуказанным действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

[4] В Российской Федерации наряду с вышеуказанным действует ГОСТ Р 52599—2006 «Драгоценные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа».

4 Сущность метода

Метод анализа основан на возбуждении атомов в индуктивно связанной плазме и измерении интенсивности аналитической линии определяемого элемента-примеси (далее — элемента) при распылении предварительно переведенной в раствор пробы в плазму. Связь интенсивности линии с концентрацией элемента в растворе устанавливают с помощью градуировочной характеристики.

Метод позволяет определять массовые доли элементов в диапазонах, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 — Диапазоны определения массовых долей элементов

В процентах

Определяемый элемент	Диапазон измерения массовой доли	Определяемый элемент	Диапазон измерения массовой доли
Алюминий	От 0,00010 до 0,050 включ.	Олово	От 0,00050 до 0,050 включ.
Висмут	От 0,00010 до 0,050 включ.	Палладий	От 0,00010 до 0,050 включ.
Железо	От 0,00010 до 0,050 включ.	Платина	От 0,00010 до 0,050 включ.
Золото	От 0,00010 до 0,050 включ.	Родий	От 0,00020 до 0,050 включ.
Кадмий	От 0,00010 до 0,050 включ.	Свинец	От 0,00010 до 0,050 включ.
Кобальт	От 0,00020 до 0,050 включ.	Селен	От 0,00050 до 0,050 включ.
Кремний	От 0,00050 до 0,050 включ.	Сурьма	От 0,00050 до 0,050 включ.
Магний	От 0,00050 до 0,050 включ.	Теллур	От 0,00010 до 0,050 включ.
Марганец	От 0,00010 до 0,050 включ.	Титан	От 0,00010 до 0,050 включ.
Медь	От 0,00010 до 0,050 включ.	Хром	От 0,00010 до 0,050 включ.
Мышьяк	От 0,00050 до 0,050 включ.	Цинк	От 0,00010 до 0,050 включ.
Никель	От 0,00010 до 0,050 включ.		

5 Точность (правильность и прецизионность) метода

5.1 Показатели точности метода

Показатели точности метода: границы интервала $\pm\Delta$, в котором с вероятностью $P = 0,95$ находится абсолютная погрешность результатов анализа, стандартные отклонения повторяемости S_r, стандартные отклонения промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$, стандартные отклонения воспроизводимости S_R, значения предела повторяемости r, предела промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$ и предела воспроизводимости R — в зависимости от массовой доли определяемого элемента приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Показатели точности метода ($P = 0,95$)

В процентах

Уровень массовых долей определяемых элементов	Стандартное отклонение повторяемости, S_r	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности, $S_{I(TO)}$	Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R	Границы интервала абсолютной погрешности, $\pm\Delta$	Предел повторяемости, r	Предел промежуточной прецизионности, $R_{I(TO)}$	Предел воспроизводимости, R
0,00010	0,00003	0,00004	0,00005	0,00009	0,00008	0,00011	0,00014
0,00030	0,00008	0,00009	0,00011	0,00021	0,00022	0,00025	0,00030
0,00050	0,00010	0,00012	0,00014	0,00027	0,00028	0,00033	0,00039
0,0010	0,00014	0,00020	0,00024	0,0005	0,0004	0,0006	0,0007
0,0030	0,0003	0,0003	0,0004	0,0008	0,0008	0,0008	0,0011

Окончание таблицы 2

Уровень массовых долей определяемых элементов	Стандартное отклонение повторяемости, S_r	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности, $S_{I(TO)}$	Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R	Границы интервала абсолютной погрешности, $\pm \Delta$	Предел повторяемости, r	Предел промежуточной прецизионности, $R_{I(TO)}$	Предел воспроизводимости, R
0,0050	0,0004	0,0004	0,0005	0,0010	0,0011	0,0011	0,0014
0,0100	0,0007	0,0009	0,0011	0,0022	0,0019	0,0025	0,0030
0,050	0,0036	0,0039	0,0047	0,009	0,010	0,011	0,013

Для промежуточных значений массовых долей элементов значения показателей точности находят методом линейной интерполяции по следующей формуле

$$A_X = A_Н + (X - C_Н)\frac{A_В - A_Н}{C_В - C_Н}, \quad (1)$$

где A_X — значение показателя точности для результата анализа X;

$A_Н$, $A_В$ — значения показателей точности, соответствующие нижнему и верхнему уровню массовых долей определяемых элементов, между которыми находится результат анализа;

X — результат анализа;

$C_Н$, $C_В$ — значения нижнего и верхнего уровней массовых долей элементов, между которыми находится результат.

5.2 Правильность

Систематическая погрешность метода при уровне значимости α = 5 %, установленная в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-4, на всех определяемых уровнях массовых долей элементов в серебре незначима.

5.3 Прецизионность

Диапазон двух результатов определений, полученных для одной и той же пробы одним оператором с использованием одного и того же оборудования в пределах кратчайшего из возможных интервалов времени, может превышать указанный в таблице 2 предел повторяемости r, установленный в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6, в среднем не чаще одного раза в 20 случаях при правильном использовании метода.

В пределах одной лаборатории два результата анализа одной и той же пробы, полученные разными операторами с использованием одного и того же оборудования в разные дни, могут различаться с превышением указанного в таблице 2 предела промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$, установленного в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-3, в среднем не чаще одного раза в 20 случаях при правильном использовании метода.

Результаты анализа одной и той же пробы, полученные двумя лабораториями (в соответствии с разделами 6—10), могут различаться с превышением указанного в таблице 2 предела воспроизводимости R, установленного в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1, в среднем не чаще одного раза в 20 случаях при правильном использовании метода.

6 Требования

6.1 Общие требования и требования безопасности

Общие требования к методу анализа, требования к обеспечению безопасности выполняемых работ — по ГОСТ 22864.

6.2 Требования к квалификации исполнителей

К проведению анализа допускаются лица не моложе 18 лет, обученные в установленном порядке и допущенные к самостоятельной работе на используемом оборудовании.

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование

Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой, управляемый внешним компьютером с аттестованным программным обеспечением, рабочим диапазоном длин волн от 180 до 500 нм и возможностью проведения процедуры коррекции фона.

Весы по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой погрешности не более ± 0,0003 г.

Колбы мерные 1—25—2, 1—50—2, 1—100—2 по ГОСТ 1770.

Мензурки вместимостью 50, 100, 250 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Печь муфельная с терморегулятором и температурой нагрева до 1000 °С.

Пипетки 1—1—2—1, 1—1—2—5, 1—1—2—10 по ГОСТ 29227.

Плита электрическая с закрытой спиралью и регулируемой температурой нагрева до 300 °С.

Шкаф сушильный с температурой нагрева до 150 °С.

7.2 Материалы

Аргон газообразный или жидкий высшего сорта по ГОСТ 10157.

Воронки лабораторные В-25—38 ХС по ГОСТ 25336 или полиэтиленовые.

Герметично закрывающиеся емкости полиэтиленовые, полипропиленовые или тефлоновые вместимостью 50, 100 $см^3$.

Палочки стеклянные.

Стаканы лабораторные В-1—50 ТХС, В-1—100 ТХС, В-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканы тефлоновые с крышками вместимостью 50 $см^3$.

Стекла часовые или полиэтиленовые.

Ступка агатовая.

Тигли корундовые.

Тигли стеклоуглеродные вместимостью 50 $см^3$.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента», «белая лента» по нормативно-технической документации[1)].

7.3 Реактивы

Алюминий металлический по ГОСТ 11069.

Бария пероксид (бария перекись) ос. ч. по нормативно-технической документации[2)].

Висмут по ГОСТ 10928.

Вода для лабораторного анализа 1-й степени чистоты по нормативно-технической документации[3)].

Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610 или восстановленное по нормативно-технической документации[4)].

Золото в слитках по ГОСТ 28058 с массовой долей основного вещества не менее 99,99 %.

Кадмий по ГОСТ 1467.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125 и разбавленная 1:1.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262 и разбавленная 1:9.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1, 1:5, 1:100.

Кобальт по ГОСТ 123.

Кремния диоксид по ГОСТ 9428.

Магний по ГОСТ 804.

Марганец металлический по ГОСТ 6008.

Медь по ГОСТ 859.

[1)] В Российской Федерации действуют ТУ 6-09-1678—95 «Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)».

[2)] В Российской Федерации действуют ТУ 6-09-5295—86 «Барий пероксид (бария перекись) чистый для анализа, чистый».

[3)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

[4)] В Российской Федерации действуют ТУ 6-09-2227—81 «Железо металлическое восстановленное квалификации чистый. Технические условия»

Мышьяк металлический особой чистоты по нормативно-технической документации[1)].

Натрия гидроксид особой чистоты по ГОСТ 4328.

Никель по ГОСТ 849.

Олово по ГОСТ 860.

Палладий аффинированный по ГОСТ 31291 с массовой долей основного вещества не менее 99,98 %.

Платина аффинированная по ГОСТ 31290 с массовой долей основного вещества не менее 99,98 %.

Родий в порошке по ГОСТ 12342 с массовой долей основного вещества не менее 99,97 %.

Свинец высокой чистоты по ГОСТ 22861 или ГОСТ 3778.

Селен технический по ГОСТ 10298.

Сурьма по ГОСТ 1089.

Теллур по ГОСТ 17614.

Титан губчатый по ГОСТ 17746.

Хром металлический по ГОСТ 5905.

Цинк по ГОСТ 3640.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, материалов и реактивов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 2.

8 Подготовка к анализу

8.1 Приготовление основных растворов

В приведенных ниже процедурах приготовления основных растворов указаны массы навесок материалов чистотой не ниже 99,96 %. В случае использования реактивов чистотой ниже, чем указано в 7.4, вводят поправку массы навески в соответствии с массовой долей основного вещества, указанной в паспорте на реактив.

Приготовленные растворы хранят при комнатной температуре в герметично закрытых емкостях из стекла и/или пластика не более одного года.

На емкостях с растворами должны быть наклеены этикетки с указанием наименования или условного обозначения элементов, массовой концентрации элементов и погрешности ее установления, даты приготовления и срока хранения раствора.

8.1.1 Раствор массовой концентрацией родия 1 мг/см^3

Навеску родия массой 0,1 г взвешивают с погрешностью не более ± 0,0003 г, тщательно перемешивают в агатовой ступке с пятикратным количеством пероксида бария до получения однородной массы. Полученную смесь переносят в корундовый тигель, ставят в холодную муфельную печь и спекают при температуре (950 ± 50) °С в течение от 2 до 3 ч.

Тигель со спеком охлаждают до комнатной температуры, переносят в стакан вместимостью 250 см^3, спек смачивают водой и обрабатывают раствором соляной кислоты 1:1. Стакан нагревают до полного растворения спека, не доводя раствор до кипения. Охлажденный до комнатной температуры раствор фильтруют через фильтр «синяя лента». Фильтр от 5 до 6 раз промывают горячим раствором соляной кислоты 1:5.

При наличии на фильтре темного осадка его переносят в корундовый тигель вместе с фильтром, подсушивают на воздухе, помещают тигель в холодную муфельную печь, включают нагрев и прокаливают при температуре (750 ± 50) °С в течение от 30 до 40 мин. Охлажденный остаток растирают с пятикратным количеством пероксида бария, спекают, растворяют, фильтруют, как описано выше.

Фильтраты объединяют, упаривают до объема от 5 до 10 см^3, разбавляют водой до объема 50 см^3, нагревают до кипения и осаждают сульфат бария горячим раствором серной кислоты 1:9. Через от 2 до 3 ч проверяют полноту осаждения сульфата бария, добавив несколько капель раствора серной кислоты 1:9. Раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» в мерную колбу вместимостью 100 см^3, промывая осадок на фильтре горячим раствором соляной кислоты 1:5, затем от 5 до 6 раз горячей водой. Раствор охлаждают, доводят объем до метки раствором соляной кислоты 1:5 и перемешивают.

Погрешность определения массовой концентрации родия в растворе составляет ± 0,004 мг/см^3.

[1)] В Российской Федерации действует ОСТ 6-12-112—73 «Мышьяк металлический особой чистоты. Технические условия».

8.1.2 Растворы массовыми концентрациями золота, палладия, платины, селена, сурьмы, теллура, кадмия, алюминия, олова 1 мг/см^3

Навеску каждого металла массой 0,1 г взвешивают с погрешностью не более ± 0,0003 г, растворяют при нагревании в 20 см^3 свежеприготовленной смеси азотной и соляной кислот 1:3. После растворения навесок и прекращения выделения бурых паров оксидов азота растворы упаривают до объема от 3 до 5 см^3, прибавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты 1:5. Растворы охлаждают и переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки раствором соляной кислоты 1:5, перемешивают.

Погрешность определения массовой концентрации каждого элемента в растворе составляет ± 0,004 мг/см^3.

8.1.3 Растворы массовыми концентрациями железа, меди, висмута, свинца, кобальта, мышьяка и никеля 1 мг/см^3

Навеску каждого металла массой 0,1 г взвешивают с погрешностью не более ± 0,0003 г, растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты 1:1 при нагревании. Растворы выдерживают на плите до удаления оксидов азота, не доводя до кипения, охлаждают, переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки водой и перемешивают.

Погрешность определения массовой концентрации каждого элемента в растворе составляет ± 0,004 мг/см^3.

8.1.4 Растворы массовыми концентрациями марганца, магния, титана, хрома и цинка 1 мг/см^3

Навеску каждого металла массой 0,1 г взвешивают с погрешностью не более ± 0,0003 г, растворяют в 10 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 при нагревании, не доводя до кипения. Растворы охлаждают, переносят в мерные колбы вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки раствором соляной кислоты 1:5 и перемешивают.

Погрешность определения массовой концентрации каждого элемента в растворе составляет ± 0,004 мг/см^3.

8.1.5 Раствор массовой концентрацией кремния 1 мг/см^3

В стеклоуглеродный тигель вместимостью 50 см^3 помещают 1,0 г гидроксида натрия и навеску диоксида кремния (SiO_2) массой 0,214 г, взвешенную с погрешностью не более ± 0,0003 г. Тигель помещают в печь и сплавляют при температуре (450 ± 50) °С в течение 20 мин. Тигель вынимают из муфельной печи и охлаждают до комнатной температуры. В тигель добавляют 20 см^3 воды, нагревают до растворения солей, охлаждают, содержимое тигля переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки водой, перемешивают и сразу переносят в герметично закрывающуюся полиэтиленовую, полипропиленовую или тефлоновую емкость.

Погрешность определения массовой концентрации кремния в растворе составляет ± 0,003 мг/см^3.

Допускается использование других методик приготовления основных растворов, а также использование готовых стандартных или аттестованных растворов при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в таблице 2.

8.2 Приготовление многоэлементных промежуточных растворов

8.2.1 Приготовление промежуточного раствора, содержащего золото, платину, палладий, родий, селен, сурьму, теллур

Раствор А: Пипеткой отбирают по 10 см^3 основных растворов перечисленных элементов и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки раствором соляной кислоты 1:5 и перемешивают.

Значение массовой концентрации каждого из указанных элементов в растворе составляет 100,0 мкг/см^3.

Погрешность определения массовой концентрации каждого элемента в растворе составляет ± 1,1 мкг/см^3.

8.2.2 Приготовление промежуточного раствора, содержащего железо, кобальт, марганец, медь, никель, свинец, цинк

Раствор Б: Пипеткой отбирают по 10 см^3 основных растворов перечисленных элементов и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки раствором соляной кислоты 1:5 и перемешивают.

Значение массовой концентрации каждого из указанных элементов в растворе составляет 100,0 мкг/см^3.

Погрешность определения массовой концентрации каждого элемента в растворе составляет ± 1,1 мкг/см^3.

8.2.3 Приготовление промежуточного раствора, содержащего алюминий, висмут, мышьяк, кадмий, магний, олово, хром, титан

Раствор В: Пипеткой отбирают по 10 см^3 основных растворов перечисленных элементов и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки раствором соляной кислоты 1:5 и перемешивают.

Значение массовой концентрации каждого из указанных элементов в растворе составляет 100,0 мкг/см^3.

Погрешность определения массовой концентрации каждого элемента в растворе составляет ± 1,1 мкг/см^3.

8.2.4 Приготовление промежуточного раствора, содержащего кремний

Раствор К: Пипеткой отбирают 10 см^3 основного раствора кремния и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем до метки раствором соляной кислоты 1:5, перемешивают, переливают для хранения в герметично закрывающуюся полиэтиленовую, полипропиленовую или тефлоновую емкость.

Значение массовой концентрации кремния в растворе составляет 100,0 мкг/см^3.

Погрешность определения массовой концентрации элементов в растворе составляет ± 1,1 мкг/см^3.

Растворы, приготовленные по 8.2, хранят при комнатной температуре в герметично закрытых емкостях не более 1 мес.

На емкостях с растворами должны быть наклеены этикетки с указанием наименования или условного обозначения элементов, массовой концентрации элементов и погрешности ее установления, даты приготовления и срока хранения раствора.

8.3 Приготовление градуировочных образцов

Градуировочные образцы для определения примесей готовят из промежуточных растворов А, Б, В, К, приготовленных по 8.2.1—8.2.4.

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 пипетками отбирают аликвотные части промежуточных растворов согласно таблице 3, доводят объем до метки раствором соляной кислоты 1:5, перемешивают. «Нулевым» раствором (градуировочный образец ГО-0) является раствор соляной кислоты 1:5.

Растворы ГО-0, Si-1, Si-2, Si-3, Si-4 переливают для хранения в герметично закрывающуюся полиэтиленовую, полипропиленовую или тефлоновую емкость.

Растворы хранят не более 5 дней при комнатной температуре.

Допускается использование других способов приготовления градуировочных растворов при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в таблице 2.

Таблица 3 — Градуировочные образцы для определения элементов-примесей

Обозначение градуировочного образца	Обозначение промежуточного раствора	Вводимый объем промежуточного раствора, см^3	Массовая концентрация элементов, мкг/см^3	Границы интервала, в котором с вероятностью P = 0,95 находится абсолютная погрешность, $\pm\Delta$, мкг/см^3
ГО-0	—	—	0	—
ГО-1	А, Б, В	0,5	0,50	0,01
Si-1	К			
ГО-2	А, Б, В	1,0	1,00	0,01
Si-2	К			
ГО-3	А, Б, В	5,0	5,00	0,07
Si-3	К			
ГО-4	А, Б, В	10,0	10,00	0,15
Si-4	К			

9 Проведение анализа

9.1 Подготовка проб

Лабораторную пробу серебра предварительно очищают от поверхностных загрязнений. Для этого ее помещают в стакан, приливают раствор соляной кислоты 1:1 так, чтобы вся проба оказалась в растворе, и кипятят в течение 5 мин. Раствор сливают и промывают серебро от 5 до 6 раз водой методом декантации. Стакан с промытым серебром помещают в сушильный шкаф и сушат в течение 1 ч при температуре (100 ± 5) °С.

9.1.1 Подготовка растворов анализируемых проб к определению примесей

В случае необходимости определения кремния среди прочих примесей рекомендуется проводить все операции во фторопластовой или тефлоновой посуде. Если не требуется определение кремния, допускается проводить операции в стеклянных стаканах.

Для проведения анализа выполняют не менее двух параллельных определений. Навески серебра массой от 0,5 до 2,0 г каждая взвешивают с погрешностью не более ± 0,0003 г, помещают в стаканы вместимостью 50 $см^3$, прибавляют 10 $см^3$ раствора азотной кислоты 1:1 и растворяют в течение 1 ч под крышкой при нагревании, не доводя до кипения.

После охлаждения раствора добавляют 10 $см^3$ раствора соляной кислоты 1:1 при постоянном перемешивании стеклянной палочкой во избежание уплотнения осадка хлорида серебра. Раствор с осадком выдерживают на плите в течение 1 ч под крышкой, не доводя до кипения и перемешивая от 2 до 3 раз.

В охлажденный раствор добавляют 5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты при энергичном перемешивании стеклянной палочкой, обмывают ее водой над стаканом и прогревают раствор для полной коагуляции хлорида серебра в течение 1 ч под крышкой, не доводя до кипения.

Охлажденный раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 25 или 50 $см^3$ через предварительно промытый два раза водой двойной фильтр «синяя лента». Промывают осадок хлорида серебра на фильтре раствором соляной кислоты 1:100 до объема фильтрата в колбе немного меньше номинальной вместимости, доводят до метки водой и перемешивают (раствор 1).

Полученный раствор 1 используют для определения содержания примесей.

9.1.2 Подготовка растворов анализируемых проб к определению примесей, соосаждаемых с хлоридом серебра

Фильтр с осадком хлорида серебра по 9.1.1 помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, прибавляют по 10 $см^3$ серной и азотной кислоты, выдерживают при комнатной температуре до прекращения бурной реакции выделения оксидов азота, затем нагревают при максимальной температуре нагрева электрической плиты до выделения густых паров серного ангидрида. Стакан переставляют на переднюю часть плиты, осторожно прибавляют от 5 до 7 капель азотной кислоты и снова нагревают до выделения густых паров серного ангидрида. Операцию добавления азотной кислоты повторяют до полного растворения хлорида серебра. Раствор упаривают до влажных солей, охлаждают, добавляют при перемешивании 10 $см^3$ азотной кислоты, 100 $см^3$ горячей воды и нагревают до растворения солей. Затем к раствору добавляют 3 $см^3$ соляной кислоты и сразу фильтруют в стакан через фильтр «синяя лента», предварительно промытый от 4 до 5 раз горячим раствором соляной кислоты 1:100 и два раза горячей водой. Осадок хлорида серебра промывают декантацией от 5 до 6 раз горячим раствором соляной кислоты 1:100, не анализируют. Полученный фильтрат упаривают до объема от 3 до 5 $см^3$, переводят в мерную колбу вместимостью 25 или 50 $см^3$ раствором соляной кислоты 1:5, доводят объем до метки этим же раствором кислоты и перемешивают (раствор 2).

Полученный раствор 2 используют для определения содержания примесей.

Допускается объединение растворов 1 и 2 для проведения измерений.

Одновременно с подготовкой проб в тех же условиях проводят не менее двух контрольных («холостых») опытов для внесения поправки в результаты анализа на чистоту реактивов.

9.2 Проведение измерений

9.2.1 Подготовку спектрометра к работе и работу на приборе проводят согласно инструкции по эксплуатации спектрометра. В программу измерений вводят значения массовых концентраций градуировочных образцов, длины волн аналитических линий, точки коррекции фона, параметры плазмы.

Рекомендуемые длины волн аналитических линий приведены в таблице 4.

Допускается использование других линий при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в таблице 2.

Таблица 4 — Длины волн аналитических линий

В нанометрах

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии
Алюминий	396,15	Олово	189,98
Висмут	223,06	Палладий	363,47; 340,46
Железо	238,20	Платина	265,94
Золото	242,80; 267,60	Родий	343,49
Кадмий	228,80; 226,50	Свинец	220,35
Кобальт	228,62	Селен	203,985
Кремний	251,61	Сурьма	206,83
Магний	383,83; 279,55	Теллур	214,28
Марганец	257,61	Титан	334,99
Медь	324,75	Хром	267,71
Мышьяк	193,70	Цинк	213,86
Никель	231,60		

9.2.2 Градуировочные образцы последовательно вводят в плазму и измеряют интенсивности аналитических линий определяемых элементов за вычетом фона (интенсивности излучения спектра рядом с аналитической линией определяемого элемента). Для каждого раствора выполняют три измерения и вычисляют среднее значение интенсивности.

Градуировочные характеристики получают в координатах (X, I_x), (X — массовая концентрация определяемого элемента в растворе для градуировки, мкг/см^3, I_x — значение интенсивности аналитической линии этого элемента за вычетом фона).

9.2.3 Затем в плазму вводят растворы контрольных опытов и анализируемых проб. Для каждого раствора выполняют три измерения интенсивности аналитических линий определяемых элементов (за вычетом фона) и вычисляют средние значения. С помощью градуировочной характеристики находят значение массовой концентрации элемента в растворе анализируемой пробы и контрольного опыта.

10 Оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа

10.1 Массовую долю определяемого элемента X в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C_x - C_к)V}{m\,10000}, \qquad (2)$$

где C_x — значение массовой концентрации определяемого элемента в анализируемом растворе, полученное по градуировочной характеристике, мкг/см^3;

$C_к$ — среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений массовой концентрации элемента в растворах контрольного опыта, мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы, г.

Результатом единичного анализа по каждому элементу является сумма массовых долей, определенных из растворов 1 и 2, или массовая доля объединенного раствора.

10.2 Приемлемость результатов параллельных определений оценивают по ГОСТ ИСО 5725-6 путем сопоставления абсолютного расхождения двух результатов параллельных определений r_k со значением предела повторяемости r, приведенным в таблице 2.

Если r_k не превышает r, то два результата параллельных определений признают приемлемыми и за окончательный результат анализа принимают их среднеарифметическое значение.

Если r_k превышает r, то проводят еще два параллельных определения. Если при этом диапазон четырех результатов параллельных определений (X_{max}—X_{min}) не превышает критический диапазон для $n = 4$, $CR_{0,95}(4)$, то за окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение четырех результатов параллельных определений.

Критический диапазон $CR_{0,95}(4)$ вычисляют по формуле

$$CR_{0,95}(4) = f(4)S_r, \quad (3)$$

где $f(4) = 3,6$ — коэффициент критического диапазона для четырех параллельных определений;

S_r — стандартное отклонение повторяемости, значения которого приведены в таблице 2.

Если диапазон четырех результатов параллельных определений превышает $CR_{0,95}(4)$, то за окончательный результат анализа принимают медиану четырех результатов параллельных определений.

11 Оформление результатов измерений

Результат анализа (измерений) представляют в виде:

$$X \pm \Delta, \text{ при } P = 0,95, \quad (4)$$

где X — массовая доля определяемого элемента, %;

Δ — характеристика погрешности измерения массовой доли определяемого элемента при $P = 0,95$. Значения Δ приведены в таблице 2.

При этом численное значение результата анализа округляется до разряда, в котором записана последняя значащая цифра его погрешности.

12 Контроль точности результатов анализа

12.1 Контроль промежуточной прецизионности и воспроизводимости

При контроле промежуточной прецизионности (с изменяющимися факторами оператора и времени) абсолютное значение разности двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных разными операторами с использованием одного и того же оборудования в разные дни, не должно превышать предел промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$, указанный в таблице 2.

При контроле воспроизводимости абсолютное значение разности двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных двумя лабораториями в соответствии с требованиями настоящего стандарта, не должно превышать предел воспроизводимости R, указанный в таблице 2.

12.2 Контроль правильности

Контроль правильности проводят путем анализа образцов для контроля (ОК) и контрольных проб.

При контроле правильности абсолютное значение разности между результатом анализа и опорным значением массовой доли элемента в образце для контроля или контрольной пробе не должно превышать критического значения K.

Критическое значение K вычисляют по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{ок}^2 + \Delta^2}, \quad (5)$$

где $\Delta_{ок}$ — погрешность опорного значения массовой доли элемента в образце для контроля или контрольной пробе, %;

Δ — значение показателя точности результата анализа, соответствующее опорному значению массовой доли элемента в ОК или контрольной пробе, %.

Значения Δ приведены в таблице 2.

Библиография

[1] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 61—2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

УДК 669.214;543.06; 543.42; 311.214:006.354 МКС 77.120.99

Ключевые слова: серебро, примеси, элементы, атомно-эмиссионный метод анализа, индуктивно связанная плазма, приготовление растворов, градуировочные образцы, правильность, прецизионность, контроль точности результатов анализа

БЗ 10—2018/20

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 30.08.2018. Подписано в печать 17.09.2018. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru