ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57655— 2017

ПЫЛИ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

Методы измерений массовой доли сурьмы

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 503 «Медь»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 сентября 2017 г. № 1072-ст

4 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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Характеристики показателей точности измерений 2
4 Фотометрический метод 2
5 Метод атомно-абсорбционной спектрометрии 6
6 Метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой 9
Библиография 14

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЫЛИ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

Методы измерений массовой доли сурьмы

Dusts of non-ferrous metallurgy enterprises.
Methods of antimony mass content measuring

Дата введения — 2018—10—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пыли металлургических предприятий цветной металлургии и устанавливает методы измерений массовой доли сурьмы: фотометрический в диапазоне от 0,0050 % до 0,60 %, атомно-абсорбционной спектрометрии в диапазоне от 0,020 % до 7,00 % и атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой в диапазоне от 0,0050 % до 7,00 %.

Общие требования к методам измерений, требования безопасности при выполнении измерений, контроль точности результатов измерений — по ГОСТ 32221, ГОСТ Р 53198, отбор и подготовка проб для измерений — по нормативным документам на конкретную продукцию.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 859—2014 Медь. Марки

ГОСТ 860—75 Олово. Технические условия

ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5456 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5457 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 5789 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 6691 Реактивы. Карбамид. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14261 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

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

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

ГОСТ 32221 Концентраты медные. Методы анализа

Издание официальное

ГОСТ 33208 Руды медесодержащие и полиметаллические и продукты их переработки. Измерение массовой доли меди, цинка, свинца, висмута, кадмия, сурьмы методом атомно-абсорбционной спектрометрии

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода лабораторная для анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53198 Руды и концентраты цветных металлов. Общие требования к методам анализа

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Характеристики показателей точности измерений

Значения показателей точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли сурьмы при доверительной вероятности P = 0,95 должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1 — Значения показателей точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли сурьмы при доверительной вероятности P = 0,95

В процентах

Диапазон измерений массовой доли сурьмы	Показатель точности измерений ± Δ	Предел (абсолютные значения)	
		повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
От 0,0050 до 0,0100 включ.	0,0021	0,0020	0,0030
Св. 0,010 » 0,030 »	0,004	0,004	0,006
» 0,030 » 0,100 »	0,007	0,007	0,010
» 0,10 » 0,30 »	0,03	0,02	0,04
» 0,30 » 0,50 »	0,04	0,03	0,06
» 0,50 » 1,00 »	0,09	0,07	0,12
» 1,00 » 2,50 »	0,17	0,10	0,24
» 2,50 » 7,00 »	0,28	0,28	0,40

4 Фотометрический метод

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- весы специального класса точности по ГОСТ Р 53228 с дискретностью 0,0001 г;
- спектрофотометр или фотоколориметр любого типа;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева не менее 350 °С;
- колбы мерные 2—100—2, 2—250—2, 2—500—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2—250—19/26 ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1—50 ТХС, В-1—100 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронку ВД-1—250 ХС по ГОСТ 25336;

- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- стекла часовые.

При выполнении анализа применяют следующие материалы, растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709 или воду для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту серную по ГОСТ 4204 и разбавленную 1:1, 1:9 и 3:97;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 3:1;
- гидрохлорид гидроксиламина солянокислый по ГОСТ 5456, раствор массовой концентрации 10 г/дм^3;
- железо (III) азотнокислое 9-водное по [2], раствор массовой концентрации 70 г/дм^3;
- кристаллический фиолетовый по [3], раствор массовой концентрации 0,2 г/дм^3;
- медь по ГОСТ 859, марки не ниже М0;
- натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166;
- толуол по ГОСТ 5789, перегнанный;
- сурьму по ГОСТ 1089 не ниже марки Су00;
- церий (IV) сернокислый 4-водный по [4], раствор массовой концентрации 40 г/дм^3;
- растворы сурьмы известной концентрации;
- олово двухлористое 2-водное по [5], раствор массовой концентрации 100 г/дм^3;
- олово металлическое по ГОСТ 860 не ниже марки О1;
- карбамид (мочевина) по ГОСТ 6691, насыщенный раствор;
- раствор азотнокислой меди массовой концентрации 10 г/дм^3;
- раствор азотистокислого натрия массовой концентрации 100 г/дм^3;
- фильтры обеззоленные по [6] или аналогичные.

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в настоящем стандарте.

4.2 Метод измерений

Метод основан на экстракции толуолом хлоридного анионного комплекса пятивалентной сурьмы $(SbCl_6)^-$ с кристаллическим фиолетовым и измерении оптической плотности экстракта.

4.3 Подготовка к выполнению измерений

4.3.1 При приготовлении раствора азотнокислой меди массовой концентрации 10 г/дм^3 навеску меди массой 10,0 г растворяют в 10 см^3 азотной кислоты. Раствор кипятят до полного удаления оксидов азота, затем охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и перемешивают. Срок хранения — 1 год.

4.3.2 При приготовлении раствора азотистокислого натрия массовой концентрации 100 г/дм^3 навеску соли массой 10 г растворяют в объеме от 50 до 80 см^3 воды при перемешивании. Раствор доливают водой до объема 100 см^3, перемешивают. Применяют свежеприготовленным.

4.3.3 При приготовлении насыщенного раствора мочевины 50 г мочевины помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 50 см^3 воды и нагревают до растворения. В случае необходимости фильтруют через фильтр средней плотности. Охлаждают до комнатной температуры. Срок хранения — 1 год.

4.3.4 При приготовлении раствора сернокислого церия массовой концентрации 40 г/дм^3 навеску водного сернокислого церия массой 4 г (или безводного сернокислого церия массой 3,3 г) растворяют в серной кислоте, разбавленной 3:97, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают серной кислотой, разбавленной 3:97, до метки и перемешивают. Срок хранения — 1 год.

4.3.5 При приготовлении раствора гидрохлорида гидроксиламина солянокислого массовой концентрации 10 г/дм^3 навеску соли массой 1,0 г растворяют в объеме от 50 до 80 см^3 воды при перемешивании. Раствор доливают до 100 см^3 водой, перемешивают.

4.3.6 При приготовлении раствора азотнокислого железа (III) массовой концентрации 70 г/дм^3 навеску соли массой 70 г растворяют в объеме от 200 до 300 см^3 воды, приливают 10 см^3 азотной кислоты, перемешивают. Доливают раствор до объема 1000 см^3 водой, перемешивают. В случае необходимости фильтруют через фильтр «белая лента». Срок хранения — 1 год.

4.3.7 При приготовлении раствора кристаллического фиолетового массовой концентрации 0,2 г/дм^3 навеску массой 0,2 г растворяют при перемешивании в 30—50 см^3 воды, добавляя ее небольшими порциями, переносят раствор с осадком в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем водой до метки и перемешивают. Раствор оставляют в темном месте на сутки, затем отфильтровывают через фильтр «синяя лента». Раствор хранят в закрытой стеклянной или пластиковой банке (колбе) в местах, защищенных от света, или в склянке из темного стекла. Срок хранения — 1 месяц.

4.3.8 При приготовлении раствора двухлористого олова массовой концентрации 100 г/дм^3 навеску соли массой 10 г растворяют при нагревании и перемешивании в 200 см^3 соляной кислоты, охлаждают, разбавляют водой до 1000 см^3 и перемешивают. Хранят в закрытой склянке, добавив несколько гранул металлического олова, в местах, защищенных от света, или в склянке из темного стекла. Срок хранения — 1 год.

4.3.9 Для построения градуировочного графика готовят растворы сурьмы известной концентрации.

При приготовлении раствора А массовой концентрации сурьмы 0,1 мг/см^3 навеску тонкоизмельченной сурьмы массой 0,1000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 20 см^3 серной кислоты. Раствор охлаждают, осторожно разбавляют водой до 150 см^3, снова охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают серной кислотой, разбавленной 1:9, до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации сурьмы 0,01 мг/см^3 10,0 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают серной кислотой, разбавленной 1:9, до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора В массовой концентрации сурьмы 0,002 мг/см^3 20,0 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают серной кислотой, разбавленной 1:9, до метки и перемешивают. Раствор готовят в день применения.

4.3.10 Построение градуировочного графика при массовой доле сурьмы от 0,005 % до 0,016 %

В ряд стаканов вместимостью 100 см^3 каждый наливают по 1 см^3 раствора азотнокислого железа, по 3 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления густых паров серной кислоты.

Примечание — Если в пробе пыли содержится значительное количество меди (более 15 %), то в стаканы дополнительно приливают по 1 см^3 раствора азотнокислой меди.

Стаканы с содержимым охлаждают и наливают в них соответственно 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора В.

Растворы выпаривают почти досуха, охлаждают, приливают по 10 см^3 соляной кислоты, нагревают до растворения солей и оставляют на 5—10 мин при температуре от 40 °С до 50 °С. Затем растворы снова охлаждают, приливают по 3 см^3 воды и далее анализ продолжают, как указано в 4.4. Раствор экстрагируют в 30 см^3 толуола и фотометрируют в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

В качестве раствора сравнения применяют толуол.

4.3.11 Построение градуировочного графика при массовой доле сурьмы свыше 0,016 %

В ряд стаканов вместимостью 100 см^3 каждый наливают по 1 см^3 раствора азотнокислого железа, по 3 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления густых паров серной кислоты.

Примечание — Если в пробе пыли содержится значительное количество меди (более 15 %), то в стаканы дополнительно приливают по 1 см^3 раствора азотнокислой меди.

Стаканы с содержимым охлаждают и наливают в них соответственно 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см^3 раствора Б.

Растворы выпаривают до получения влажных солей, приливают по 10 см^3 соляной кислоты, нагревают до растворения солей и оставляют на 5—10 мин при температуре от 40 °С до 50 °С.

После этого растворы снова охлаждают, приливают по 3 см^3 воды, далее анализ продолжают, как указано в 4.4. Раствор экстрагируют в 30 см^3 толуола и фотометрируют в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

В качестве раствора сравнения применяют толуол.

4.4 Порядок выполнения измерений

4.4.1 Масса навески пробы, взятая с точностью до четвертого десятичного знака после запятой, вместимость мерной колбы (в зависимости от массовой доли сурьмы) указаны в таблице 2.

Таблица 2

Массовая доля сурьмы, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, $см^3$
От 0,005 до 0,016	0,5	100
Св. 0,016 » 0,050	0,5	100
» 0,05 » 0,14	0,5	250
» 0,14 » 0,30	0,25	250
» 0,30 » 0,60	0,25	500

4.4.2 Навеску пробы помещают в колбу вместимостью 250 $см^3$, смачивают водой, приливают от 15 до 30 $см^3$ азотной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом и нагревают до полного удаления оксидов азота. Затем снимают стекло, обмывают его над колбой и выпаривают до объема от 5 до 7 $см^3$. Если образуется королек серы, то раствор несколько раз обрабатывают азотной кислотой до полного окисления серы.

К охлажденному раствору прибавляют 15 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, затем его выпаривают до появления густых паров серной кислоты. После этого колбу охлаждают, стенки колбы обмывают водой и снова выпаривают раствор до получения влажных солей. Остаток охлаждают, приливают к нему от 30 до 50 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 3:1, нагревают, не доводя до кипения, до растворения солей и оставляют на 5—10 мин при температуре от 40 °С до 50 °С. Затем раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью, указанной в таблице 2, доливают соляной кислотой, разбавленной 3:1, до метки и перемешивают. В случае необходимости раствор отфильтровывают через сухой фильтр в сухую колбу.

Отбирают аликвоту раствора 10,0 $см^3$ в стакан вместимостью 50 $см^3$.

Подготовку раствора для экстракции комплекса сурьмы (V) с кристаллическим фиолетовым можно проводить следующими способами:

1-й способ. К раствору в стакане при перемешивании приливают 10 капель (0,5 $см^3$) раствора сернокислого церия и через 1 мин по каплям 1 $см^3$ раствора солянокислого гидрохлорида гидроксиламина и перемешивают в течение 30—60 с;

2-й способ. К раствору в стакане приливают по каплям раствор хлористого олова до обесцвечивания раствора и 2 капли в избыток. Перемешивают и оставляют на 1 мин. Затем добавляют 1 $см^3$ раствора азотистокислого натрия массовой концентрации 100 $г/дм^3$, хорошо перемешивают и оставляют на 5 мин. К раствору приливают 10 $см^3$ воды, перемешивают и прибавляют 1 $см^3$ раствора мочевины, и взбалтывают 30—60 с до прекращения выделения пузырьков газа.

Раствор, подготовленный одним из указанных способов, переливают в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$ и разбавляют водой до 75 $см^3$ (обмывая водой стакан несколько раз). К раствору в делительной воронке прибавляют при перемешивании 20 капель раствора кристаллического фиолетового, затем 30 $см^3$ толуола и встряхивают содержимое воронки в течение 1 мин.

После расслоения жидкостей толуольный раствор отделяют, обезвоживают его с помощью 1 г сернокислого натрия и измеряют оптическую плотность экстракта при длине волны от 610 до 620 нм, используя кювету толщиной поглощающего свет слоя, равной 10 мм.

Примечания

1 Допускается использовать другие окислители и реагенты, разрушающие избыток окислителя.

2 Все операции по подготовке раствора к экстракции и экстракцию комплекса следует проводить непрерывно, в указанном темпе.

3 Оптическую плотность экстрактов измеряют не ранее, чем через 10 мин.

4 Оптическую плотность экстрактов измеряют после того, как проэкстрагированы все растворы партии.

Раствором сравнения служит раствор холостого опыта, проведенный через все стадии анализа.

Массу сурьмы в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

4.5 Обработка результатов измерений

4.5.1 Массовую долю сурьмы X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V 100}{V_1 m 1000}, \quad (1)$$

где m_1 — масса сурьмы, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем мерной колбы, $см^3$;

V_1 — объем аликвоты раствора, $см^3$;

m — масса навески пробы, г.

4.5.2 За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности P = 0,95) предела повторяемости r, приведенных в таблице 1.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (подпункт 5.2.2.1).

4.5.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости R, приведенных в таблице 1. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.3).

5 Метод атомно-абсорбционной спектрометрии

5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрометр атомно-абсорбционный с пламенным атомизатором и источниками излучения на сурьму;
- компрессор воздушный;
- весы специального класса точности по ГОСТ Р 53228 с дискретностью 0,0001 г;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева не менее 350 °С;
- дозатор пипеточный с диапазоном объема дозирования от 2000 до 10000 мкл, с относительной погрешностью объема дозирования не более 1,0 %;
- колбы мерные 2—100—2, 2—250—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2—250-19/26 ТХС по ГОСТ 25336;
- мензурки или цилиндры по ГОСТ 1770;
- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- посуда (чашки, тигли) из стеклоуглерода марки СУ-2000 по [7];
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- стандартные образцы (СО) состава раствора ионов сурьмы с относительной погрешностью аттестованного значения (P = 0,95) не более 1 %.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709 или воду для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501;
- воздух, сжатый под давлением от $2 \cdot 10^2$ до $6 \cdot 10^2$ кПа;
- ацетилен по ГОСТ 5457;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную в соотношении 1:1, 1:6, 5:95;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную в соотношении 1:10;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461 и молярной концентрации 1 моль/дм^3;
- сурьму по ГОСТ 1089 не ниже марки Су00;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- фильтры обеззоленные по [6] или аналогичные;
- кислоту перхлорную по [8].

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в настоящем стандарте.

5.2 Метод измерений

Метод основан на измерении атомного поглощения резонансных линий сурьмы при длине волны 217,6 нм после введения анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух. Переведение пробы в раствор осуществляют кислотной обработкой навески пробы.

5.3 Подготовка к выполнению измерений

5.3.1 Подготовка прибора к выполнению измерений

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

5.3.2 Приготовление растворов

При приготовлении раствора А ионов сурьмы массовой концентрации 1 мг/см^3 навеску металла массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 50 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:10, нагревают до растворения навески. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают серной кислотой, разбавленной 1:10, до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б ионов сурьмы массовой концентрации 0,1 мг/см^3 10,0 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают раствором соляной кислоты, разбавленной 1:6, до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора В ионов сурьмы массовой концентрации 0,01 мг/см^3 10,0 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают раствором соляной кислоты, разбавленной 1:6, до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора А — 1 год, раствора Б — 3 месяца, раствор В применяют свежеприготовленным.

5.3.3 Приготовление раствора известной концентрации из стандартного образца

Раствор Б массовой концентрации 0,1 мг/см^3 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5 см^3 СО раствора ионов сурьмы концентрацией 1 мг/см^3, доливают азотной кислотой молярной концентрации 1 моль/дм^3 до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора — 3 месяца.

5.3.4 Построение градуировочных графиков

Для построения градуировочных графиков готовят серию градуировочных растворов в соответствии с таблицей 3.

Для этого в ряд мерных колб, вместимостью 100 см^3 каждая, помещают аликвоты растворов сурьмы согласно таблице 3, приливают 5 см^3 соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

Номер градуировочного раствора	Исходный раствор	Аликвота, см^3	Массовая концентрация сурьмы в градуировочном растворе, мкг/см^3
0	0	0,0	0,0
1	В	5,0	0,5
2	Б	1,0	1,0
3	Б	3,0	3,0
4	Б	5,0	5,0
5	Б	7,0	7,0
6	Б	10,0	10,0
7	Б	15,0	15,0
8	А	2,0	20,0

Примечание — Значения концентрации сурьмы в градуировочных растворах носят рекомендательный характер и зависят от характеристик используемого атомно-абсорбционного прибора, интервала определяемых концентраций. Для построения градуировочного графика допускается использовать 3—7 градуировочных растворов, но не менее 3.

Допускается после добавления аликвоты доливать до метки соляной кислотой, разбавленной 5:95.

Измерение величины абсорбции сурьмы в градуировочных растворах, построение градуировочных графиков, обработку и хранение результатов градуировки проводят с использованием программного обеспечения, входящего в комплект атомно-абсорбционного спектрометра. Для этого включают спектрометр и настраивают управляющую программу в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Градуировочные растворы распыляют в пламени ацетилен-воздух.

Выполняют не менее двух измерений аналитических сигналов измеряемого компонента в каждом градуировочном растворе.

Градуировочные графики строят по координатам: по оси абсцисс — массовая концентрация сурьмы в градуировочных растворах, выраженная в мг/см^3, по оси ординат — соответствующие значения аналитических сигналов.

Примечание — Допускается выражать концентрацию градуировочных растворов в других массовых единицах.

5.4 Порядок выполнения измерений

Масса навески пробы и объем разведения в зависимости от массовой доли сурьмы представлены в таблице 4. Через все стадии измерений проводят холостой опыт на загрязнение реактивов.

Таблица 4

Интервал определяемых концентраций, %	Рекомендуемая масса навески пробы, г	Рекомендуемое разбавление, $см^3$	Объем аликвоты для дополнительного разбавления на объем 100 $см^3$, $см^3$
От 0,020 до 0,20 включ.	0,5	100	0
» 0,10 » 1,00 »	0,2	100	0
» 0,50 » 2,00 »	0,1	100	0
» 1,00 » 5,00 »	0,1	250	0
» 2,00 » 7,00 »	0,1	100	20
Примечание — Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности атомно-абсорбционного спектрометра, однородности анализируемого материала и т. д. Если необходимо, проводят дополнительное разбавление.			

Навеску пробы, взятую с точностью до четвертого десятичного знака после запятой (в соответствии с таблицей 4), растворяют одним из изложенных ниже способов:

а) навеску пробы помещают в стеклоуглеродную чашку (тигель), смачивают водой, приливают от 10 до 15 $см^3$ соляной кислоты и от 5 до 10 $см^3$ азотной кислоты. После завершения бурной реакции приливают от 10 до 20 $см^3$ фтористоводородной кислоты и 5 $см^3$ перхлорной кислоты. Затем раствор нагревают до разложения основной массы навески пробы и продолжают нагревание до выделения густых паров хлорной кислоты. Чашку или тигель снимают с плиты, обмывают стенки водой и вновь нагревают раствор, выпаривая его досуха, не перекаливая осадок. Чашку охлаждают;

б) навеску пробы помещают в стеклоуглеродную чашку (тигель), приливают от 10 до 20 $см^3$ азотной кислоты. После завершения бурной реакции приливают от 10 до 20 $см^3$ фтористоводородной кислоты и 5 $см^3$ перхлорной кислоты. Затем раствор нагревают до разложения основной массы навески пробы и продолжают нагревание до выделения густых паров хлорной кислоты. Чашку или тигель снимают с плиты, обмывают стенки водой и вновь нагревают раствор, выпаривая его досуха, не перекаливая осадок. Чашку охлаждают.

Сухой остаток, полученный по одному из изложенных выше способов, охлаждают в посуде, в которой проводили разложение пробы, приливают 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, 10—20 $см^3$ воды и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 (250) $см^3$. Если необходимо, то приливают соляную кислоту, разбавленную 1:1, для создания ее кислотности 5 % по объему, доливают водой до метки и перемешивают.

При необходимости раствор фильтруют в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

Допускается использование других способов разложения навески, обеспечивающих полное переведение аналита в раствор.

Измерение величины абсорбции сурьмы проводят с использованием стандартного программного обеспечения, входящего в комплект атомно-абсорбционного спектрометра. Для этого включают спектрометр и управляющую программу в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Анализируемые растворы распыляют в пламени ацетилен-воздух. Выполняют не менее двух измерений аналитического сигнала сурьмы в каждом растворе при длине волны 217,6 нм, для расчета берут среднеарифметическое значение. При смене растворов систему распыления промывают водой до получения нулевого показания прибора. В случае необходимости для уменьшения значения абсорбции допускается уменьшать оптический путь луча через измеряемую зону поворотом горелки.

По найденному значению абсорбции анализируемого раствора за вычетом абсорбции раствора холостого опыта находят содержание сурьмы по градуировочному графику. Если концентрация сурьмы в анализируемом растворе превышает его концентрацию в растворах для построения градуировочного графика (значение абсорбции анализируемого раствора выше абсорбции последней точки графика), проводят разбавление анализируемого раствора. Для этого аликвоту анализируемого раствора поме-

щают в колбу вместимостью 100 см^3, приливают соляную кислоту, для создания ее кислотности 5 % по объему, доливают водой до метки и перемешивают.

5.5 Обработка результатов измерений

5.5.1 Обработку и хранение результатов измерений массовой концентрации сурьмы в пробе проводят с использованием программного обеспечения, входящего в комплект спектрометра.

5.5.2 Массовую долю сурьмы X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{CV100}{m\,1000000} = \frac{CV}{m\,10000}, \quad (2)$$

где C — массовая концентрация сурьмы, найденная по градуировочному графику, с учетом величины холостого опыта, мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

5.5.3 Массовую долю сурьмы X_1 (при дополнительном разбавлении), %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{CVV_1100}{mV_2\,1000000} = \frac{CVV_1}{mV_2\,10000}, \quad (3)$$

где C — массовая концентрация сурьмы, найденная по градуировочному графику, с учетом величины холостого опыта, мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

V_1 — конечный объем анализируемого раствора, см^3;

V_2 — объем аликвоты раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

5.5.4 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 1.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (подпункт 5.2.2.1).

5.5.5 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости R, приведенных в таблице 1. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.3).

6 Метод атомно-эмиссионный спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

6.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой в качестве источника возбуждения со всеми принадлежностями;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева не менее 350 °С, или аналогичную;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ Р 53228 с дискретностью 0,0001 г;
- система для разложения проб типа HotBlock или аналогичная;
- колбы мерные 2—50—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2—100—13/23 ТХС, Кн-2—250—19/26 ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1—100 ТС, В-1—250 ТС по ГОСТ 25336;
- пипетки 1—2—2—1, 1—2—2—2, 1—2—2—5, 1—2—2—10 по ГОСТ 29227;
- мензурки 50 по ГОСТ 1770;
- стандартные образцы (СО) состава раствора ионов сурьмы с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3, с относительной погрешностью аттестованного значения (P = 0,95) не более 1 %;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- чашки стеклоуглеродные марки СУ-2000 по [7].

При выполнении измерений применяют следующие материалы, растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709 и воду для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461 или кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 или кислоту соляную особой чистоты по ГОСТ 14261 и разбавленную 1:6 и 1:1;
- смесь кислот азотной и соляной в соотношении 3:1;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;
- аргон газообразный по ГОСТ 10157;
- сурьму по ГОСТ 1089—82 не ниже марки Су00;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- кислоту борную по [9], раствор массовой концентрации 40 г/дм^3;
- кислоту перхлорную по [8];
- фильтры обеззоленные по [6] или аналогичные.

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 другой нормативной документации, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в методике измерений.

6.2 Метод измерений

Метод основан на измерении интенсивности спектральных линий сурьмы при возбуждении атомов раствора пробы в индуктивно связанной плазме.

6.3 Подготовка к выполнению измерений

6.3.1 Подготовка прибора к выполнению измерений

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

6.3.2 Приготовление растворов известной концентрации

При приготовлении раствора А ионов сурьмы массовой концентрации 1 мг/см^3 навеску сурьмы массой 0,1000 г помещают в коническую колбу (стакан) вместимостью 100 см^3 и растворяют при нагревании в 20 см^3 смеси азотной и соляной кислот (3:1). Раствор выпаривают до объема от 2 до 3 см^3, добавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты, разбавленной 1:6, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки этим же раствором соляной кислоты и перемешивают.

При приготовлении раствора Б ионов сурьмы массовой концентрации 0,1 мг/см^3 10,0 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают раствором соляной кислоты, разбавленной 1:6, до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора В ионов сурьмы массовой концентрации 0,01 мг/см^3 10,0 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают раствором соляной кислоты, разбавленной 1:6, до метки и перемешивают.

6.3.3 Срок хранения раствора А массовой концентрации 1 мг/см^3 — 1 год, раствора Б массовой концентрации 0,1 мг/см^3 — 3 месяца, раствор В применяют свежеприготовленным.

6.3.4 Приготовление растворов из стандартных образцов состава раствора ионов сурьмы

6.3.4.1 При приготовлении раствора ионов сурьмы массовой концентрации 0,1 мг/см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора ионов сурьмы массовой концентрации 1,0 мг/см^3. Доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:6, и перемешивают.

6.3.4.2 При приготовлении раствора ионов сурьмы массовой концентраци 0,01 мг/см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1,0 см^3 раствора ионов сурьмы массовой концентрации 0,1 мг/см^3. Доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:6, и перемешивают.

6.3.5 Построение градуировочных графиков

Для построения градуировочных графиков готовят серию градуировочных растворов.

6.3.5.1 Градуировочные растворы при разложении проб в стаканах и стеклоуглеродных чашках

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая помещают аликвоты раствора сурьмы согласно таблице 5, приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

Примечание — Если при разложении применяют серную кислоту, то в градуировочные растворы дополнительно приливают по 2 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

6.3.5.2 Градуировочные растворы при разложении проб в системе HotBlock

В ряд полиэтиленовых или фторопластовых пробирок приливают от 0,5 до 1 $см^3$ воды и кислоты в соответствии с 6.4.1.3, проводят первую стадию нагревания, приливают 10 $см^3$ раствора борной кислоты, проводят вторую стадию нагревания. Растворы из пробирок переливают в ряд мерных колб вместимостью 100 $см^3$. Затем в эти колбы приливают аликвоты растворов сурьмы в соответствии с таблицей 5, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 5

Номер градуировочного раствора	Исходный раствор сурьмы	Аликвота, $см^3$	Массовая концентрация сурьмы в градуировочном растворе, $мкг/см^3$	Массовая доля сурьмы в пробе из расчета 0,5 г пробы на 100 $см^3$, %
0	0	0,0	0,0	0
1	В	1,0	0,1	0,002
2	В	2,5	0,25	0,005
3	В	5,0	0,5	0,010
4	Б	1,0	1,0	0,020
5	Б	5,0	5,0	0,10
6	Б	10,0	10,0	0,20
7	А	5,0	50,0	1,00
8	А	10,0	100,0	2,00

Примечания

1 Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности ИСП спектрометра, интервала определяемых концентраций.

2 Допускается выражать массовую концентрацию в градуировочных растворах в процентах на определенную навеску и разведение.

6.3.5.3 Построение градуировочных графиков

Определение градуировочных характеристик, обработку и хранение результатов градуировки проводят с использованием стандартного программного обеспечения, входящего в комплект спектрометра.

Выполняют не менее двух измерений аналитических сигналов сурьмы в каждом градуировочном растворе. Рекомендуемая длина волны для измерения эмиссии 206,833 нм. Мощность плазмы, расход аргона, высоту регистрируемой зоны плазмы и другие параметры устанавливают так, чтобы достигнуть оптимальных значений по чувствительности и точности определения сурьмы.

Рассчитывают градуировочные графики измеряемого компонента (сурьмы) с помощью программного обеспечения в координатах: среднее значение интенсивности излучения — концентрация сурьмы ($мкг/см^3$, $мг/см^3$ или %). Полученную градуировочную характеристику сохраняют в памяти управляющей программы и используют при расчете концентрации сурьмы в анализируемых пробах.

6.4 Порядок выполнения измерений

6.4.1 Разложение материала пробы

6.4.1.1 Рекомендуемые масса навески пробы и объем разбавления указаны в таблице 6.

Таблица 6

Массовая доля сурьмы, %	Масса навески пробы, г	Объем разбавления, $см^3$
От 0,001 до 0,2 включ.	0,5	50
Св. 0,005 » 1,0 »	0,5	100
» 0,02 » 2,5 »	0,2	100
» 0,05 » 7,0 »	0,1	100

Примечание — Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности прибора, однородности анализируемого материала и т.д.

а) Навеску пробы массой от 0,1 до 0,5 г, взятую с точностью до четвертого десятичного знака после запятой (таблица 6), помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 250 см^3, смачивают от 0,5 до 1 см^3 воды, приливают от 10 до 15 см^3 азотной кислоты, затем от 10 до 15 см^3 соляной кислоты, выдерживают «на холоду» до прекращения бурной реакции. После прекращения бурной реакции стакан (колбу) ставят на плиту для дальнейшего растворения солей. Нагревают до растворения навески. Затем выпаривают раствор при умеренном нагревании до влажных солей. Приливают 5 см^3 соляной кислоты и вновь выпаривают раствор до влажных солей. Стакан (колбу) охлаждают, приливают 5 (10) см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1 (при объеме разбавления 50 и 100 см^3 соответственно), от 10 до 15 см^3 воды и нагревают до растворения солей.

б) Допускается выполнять разложение навески следующим образом: после растворения навески в смеси соляной и азотной кислот в стакан приливают 5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до начала выделения паров серной кислоты.

Охлаждают стакан, обмывают стенки водой и вновь нагревают раствор до начала выделения паров серной кислоты. Стакан охлаждают, приливают 5 (10) см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1 (при объеме разбавления 50 и 100 см^3 соответственно), от 10 до 15 см^3 воды и нагревают до растворения солей.

в) Раствор, полученный по а) или б), переливают в мерную колбу вместимостью от 50 до 100 см^3 в зависимости от массовой доли сурьмы, охлаждают, доливают до объема водой и перемешивают.

Примечание — При необходимости раствор фильтруют в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

6.4.1.2 Разложение в стеклоуглеродных чашках (рекомендуется для проб с массовой долей оксида кремния свыше 30 %)

Навеску пробы помещают в стеклоуглеродную чашку (тигель), смачивают водой, приливают от 10 до 15 см^3 соляной кислоты и от 5 до 10 см^3 азотной кислоты. После завершения бурной реакции приливают от 10 до 20 см^3 фтористоводородной кислоты и 5 см^3 перхлорной кислоты.

Затем раствор нагревают до разложения основной массы навески пробы и продолжают нагревание до выделения густых паров перхлорной кислоты. Чашку или тигель снимают с плиты, обмывают стенки водой и вновь нагревают раствор, выпаривая его досуха. Чашку охлаждают, приливают 5 (10) см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1 (при объеме разбавления 50 и 100 см^3 соответственно), от 30 до 40 см^3 воды, нагревают до растворения солей, охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают. При необходимости раствор фильтруют в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

6.4.1.3 Разложение в системе HotBlock

В полиэтиленовую или тефлоновую пробирку системы HotBlock помещают навеску пробы массой от 0,1 до 0,5 г в соответствии с таблицей 6. Смачивают от 0,5 до 1 см^3 воды, приливают кислоты: 2 см^3 азотной, 8 см^3 соляной и 1 см^3 фтористоводородной. Выдерживают «на холоду» до прекращения бурной реакции.

Затем закрывают крышкой и выполняют первую стадию разложения: устанавливают пробирки в ячейки HotBlock, задают температуру 95 °С и выдерживают при этой температуре 45—60 мин до растворения навески.

По окончании первой стадии пробирку с раствором вынимают из ячейки системы разложения и охлаждают. Открывают крышку и приливают 10 см^3 раствора борной кислоты. Крышку вновь закрывают и выдерживают раствор в ячейке HotBlock 20—30 мин. Затем пробирки вынимают из ячеек, охлаждают до комнатной температуры, приливают от 15 до 20 см^3 воды и затем переливают в мерную колбу вместимостью 50 или 100 см^3 в соответствии с таблицей 6, доливают водой до метки и перемешивают.

6.4.1.4 Для внесения поправки на массовую долю сурьмы в реактивах через все стадии анализа проводят холостой опыт.

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

6.4.3 Выполняют два параллельных измерения.

6.4.4 Измерение следует начинать по истечении 20—30 мин после зажигания плазмы для стабилизации условий измерений.

6.5 Обработка результатов измерений

6.5.1 Обработку и хранение результатов измерений массовой концентрации сурьмы в пробе проводят с использованием программного обеспечения, входящего в комплект спектрометра.

Если результат измерений анализируемого раствора выдается программным обеспечением в виде массовой концентрации сурьмы (мкг/см^3), то массовую долю сурьмы в пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{AV}{m\,10000}, \quad (4)$$

где A — массовая концентрация сурьмы в пробе, полученная по градуировочному графику, с учетом холостого опыта, мкг/см^3;

V — объем раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

Если результат измерений анализируемого раствора выдается программным обеспечением в виде массовой концентрации сурьмы (мг/см^3), то массовую долю сурьмы в пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{AV}{m\,10}, \quad (5)$$

где A — массовая концентрация сурьмы в пробе, полученная по градуировочному графику, с учетом холостого опыта, мг/см^3;

V — объем раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г;

10 — коэффициент, учитывающий перевод миллиграммов в граммы и в проценты.

Если концентрация сурьмы в градуировочном растворе выражена в массовой доле (%) и результат измерений анализируемого раствора выдается программным обеспечением в виде массовой концентрации сурьмы (мг/см^3), то массовую долю сурьмы в пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{Wm_0}{m}, \quad (6)$$

где W — массовая концентрация сурьмы, найденная по градуировочному графику, с учетом холостого опыта, %;

m_0 — масса расчетной навески, г;

m — масса навески пробы, г.

Результаты измерений представляют в виде $X \pm \Delta$ (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$), где X — результат измерений, %;

$\pm\Delta$ — показатель точности измерений, %.

6.5.2 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 1.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (подпункт 5.2.2.1).

6.5.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости R, приведенных в таблице 1. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.3).

7 Допускается измерение массовой доли сурьмы по ГОСТ 33208 и ГОСТ 32221.

Библиография

[1] Технические условия ТУ 4389-001-4330709—2008 — Плита нагревательная стеклокерамическая встраиваемая LOIP LH-304

[2] Технические условия ТУ 07510508-87—94 — Железо (III) азотнокислое 9-водное

[3] Технические условия ТУ 6-09-4119—75 — Кристаллический фиолетовый ("N,N,N,N,N,N"-гексаметилпарарозанилин хлористый) квалификации чистый для анализа

[4] Технические условия ТУ 6-09-1646—77 — Церий (IV) сульфат 4-водный (церий (IV) сернокислый) чистый

[5] Технические условия ТУ 6-09-5393—88 — Олово (II) хлорид 2-водное (олово двухлористое), чистый для анализа, чистый

[6] Технические условия ТУ 2642-001-45235143—2011 — Фильтры бумажные лабораторные

[7] Технические условия ТУ 1916-027-27208846—01 — Посуда лабораторная из стеклоуглерода марки СУ-2000

[8] Технические условия ТУ 6-09-2878—84 — Реактивы. Кислота перхлорная

[9] Технические условия ТУ КОМП 3-091—09 — Кислота борная. Особой чистоты

УДК 622.343-15:546.77.06:006.354 ОКС 73.060.99

Ключевые слова: пыли металлургических предприятий цветной металлургии, раствор, методы измерений массовой доли сурьмы, градуировочный график, диапазон измерений, показатель точности

БЗ 9—2017/177

Редактор *Н.Н. Кузьмина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 14.09.2017. Подписано в печать 04.10.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10. Тираж 22 экз. Зак. 1707.
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