ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57533— 2017

ПЫЛИ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

Методы измерений массовой доли меди

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 11 июля 2017 г. № 683-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 Титриметрические методы 3
5 Метод атомно-абсорбционной спектрометрии 9
Библиография 14

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЫЛИ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

Методы измерений массовой доли меди

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

Дата введения — 2018—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пыли металлургических предприятий цветной металлургии и устанавливает следующие методы измерений массовой доли меди: титриметрические методы — йодометрический (в диапазоне от 2,00 % до 50,0 %) или трилонометрический (в диапазоне от 2,00 % до 30,0 %) и метод атомно-абсорбционной спектрометрии (в диапазоне от 0,50 % до 15,0 %).

Общие требования к методам измерений и 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 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 859—2014 Медь. Марки

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2062 Реактивы. Кислота бромистоводородная. Технические условия

ГОСТ 3117 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4160 Реактивы. Калий бромистый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4463 Реактивы. Натрий фтористый. Технические условия

ГОСТ 4518 Реактивы. Аммоний фтористый. Технические условия

ГОСТ 5457 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 5841 Реактивы. Гидразин сернокислый

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9546 Реактивы. Аммоний фтористый кислый. Технические условия

ГОСТ 9656 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 10163 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 19908 Тигли, чашки, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 20448 Газы углеводородные сжиженные топливные для коммунально-бытового потребления. Технические условия

ГОСТ 22867 Реактивы. Аммоний азотнокислый. Технические условия

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

ГОСТ 27067 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

ГОСТ 27068 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

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 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32221 Концентраты медные. Методы анализа

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

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 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

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

Точность измерений массовой доли меди соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

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

В процентах

Диапазон измерений массовой доли меди	Показатель точности ±Δ	Предел (абсолютное значение)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,50 до 1,00 включ.	0,06	0,05	0,08
Св. 1,00 » 1,20 »	0,07	0,06	0,09
» 1,20 » 1,60 »	0,09	0,07	0,12
» 1,60 » 2,50 »	0,10	0,09	0,14
» 2,50 » 3,50 »	0,23	0,21	0,32
» 3,50 » 5,00 »	0,29	0,28	0,41
» 5,00 » 10,00 »	0,31	0,30	0,44
» 10,0 » 20,0 »	0,4	0,4	0,6
» 20,0 » 30,0 »	0,8	0,8	1,2
» 30,0 » 40,0 »	1,0	1,0	1,4
» 40,0 » 50,0 »	1,3	1,3	1,8

4 Титриметрические методы

4.1 Йодометрический метод

4.1.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- весы специального класса точности по ГОСТ Р 53228 с дискретностью 0,0001 г;
- печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева до 750 °С;
- шкаф сушильный с электрообогревом и терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева до 110 °С;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С;
- тигли, чашки, крышки фарфоровые по ГОСТ 9147;
- тигли кварцевые по ГОСТ 19908 или [2];
- колбы мерные 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2-250-19/26, Кн-2-500-29/32 по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1-250 ТХС, В-1-400 ТХС, Н-1-400 ТХС, В-1-1000 ТХС по ГОСТ 25336;
- бюретки 1-2-25-01, 1-2-50-01 по ГОСТ 29251;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- мензурки, цилиндры по ГОСТ 1770;
- шпатели;
- щипцы стальные для тиглей;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709 или воду для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461 и разбавленную в соотношении 1:1;
- кислоту серную по ГОСТ 4204 и разбавленную в соотношении 1:1 и 2:98;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- смесь кислот — соляной и азотной 2:3 (№ 1);
- смесь кислот — азотной и серной (№ 2);
- кислоту уксусную по ГОСТ 61 разбавленную в соотношении 1:3;
- кислоту бромистоводородную по ГОСТ 2062;
- калий бромистый по ГОСТ 4160;
- калий йодистый по ГОСТ 4232;
- крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор массовой концентрации 5 г/дм^3;
- аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор массовой концентрации 100 г/дм^3;

- натрий углекислый по ГОСТ 83;
- натрий фтористый по ГОСТ 4463;
- гидразин сернокислый по ГОСТ 5841;
- аммоний фтористый по ГОСТ 4518;
- аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867;
- спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 55878;
- медь по ГОСТ 859 марки не ниже М0;
- натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, растворы: массовой концентрации 200 г/дм^3, молярной концентрации 0,1 (0,05 и 0,015) моль/дм^3;
- аммоний фтористый кислый по ГОСТ 9546, раствор массовой концентрации 200 г/дм^3;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;
- фильтры обеззоленные по [3] 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.

4.1.2 Метод измерений

Метод основан на реакции восстановления меди (II) до меди (I) йодистым калием в слабо-сернокислой или слабо-азотнокислой среде. Выделившийся элементный йод титруют раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала. Медь предварительно отделяют от мешающих титрованию компонентов осаждением в виде сульфида меди или титрование проводят в присутствии мешающих компонентов, маскируя их комплексообразователями. Диапазон измерений массовой доли меди — от 2,00 % до 50,0 %.

4.1.3 Подготовка к выполнению измерений

4.1.3.1 При приготовлении смеси кислот (№1) смешивают две части соляной кислоты с тремя частями предварительно прокипяченной азотной кислоты. Смесь кислот применяют свежеприготовленной.

При приготовлении смеси кислот (№ 2) для растворения оксида меди смешивают 300 см^3 воды, 40 см^3 азотной кислоты, 100 см^3 серной кислоты. Раствор устойчив в течение 1 года.

4.1.3.2 При приготовлении раствора растворимого крахмала массовой концентрации 5 г/дм^3 навеску крахмала массой 0,5 г размешивают в 10 см^3 воды до получения однородной кашицы, смесь медленно вливают при перемешивании в 90 см^3 кипящей воды и кипятят в течение от 2 до 3 мин, затем охлаждают. Раствор применяют свежеприготовленным.

4.1.3.3 При приготовлении растворов серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия) молярной концентрации 0,1 (0,05; 0,015) моль/дм^3 навески соли массой 24,8 (12,4; 4,0) г соответственно растворяют в 200 см^3 прокипяченной воды, добавляют 0,5 г углекислого натрия, перемешивают, охлаждают. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют 0,03 г углекислого натрия, перемешивают, доливают прокипяченной и охлажденной водой до метки и перемешивают. Раствор выдерживают перед употреблением в течение 6—7 сут.

Допускается готовить растворы серноватистокислого натрия из соответствующих стандарт-титров согласно инструкции по их приготовлению.

4.1.3.4 При приготовлении раствора серноватистокислого натрия (тиосульфата натрия) массовой концентрации 200 г/дм^3 навеску соли массой 200 г растворяют в небольшом количестве воды при нагревании, помещают в стакан вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Допускается готовить растворы серноватистокислого натрия из соответствующих стандарт-титров согласно инструкции по их приготовлению.

4.1.3.5 Установление массовой концентрации раствора тиосульфата натрия

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия устанавливают следующим образом: стружку металлической меди помещают в теплый раствор уксусной кислоты, разбавленной в соотношении 1:3, затем промывают водой, этиловым спиртом и высушивают на воздухе. Отбирают три навески меди массой от 0,025 до 0,20 г, взятые с точностью до четвертого знака, и помещают их в стаканы или конические колбы с широким горлом вместимостью 250 см^3. Приливают от 5 до 7 см^3 азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, накрывают стакан (колбу) часовым стеклом (крышкой) и нагревают до растворения навески. Стекло снимают, обмывают его над стаканом (колбой) водой и упаривают рас-

твор до объема от 2 до 3 см^3. Приливают от 2 до 5 см^3 серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, и выпаривают досуха (в остатке 2—3 капли кислоты). Остаток охлаждают, обмывают стенки стакана (колбы) водой и снова выпаривают до выделения паров серной кислоты. Остаток охлаждают, приливают 5 см^3 воды и вновь упаривают до выделения густых паров серной кислоты. После охлаждения приливают от 10 до 20 см^3 воды и нагревают до полного растворения солей. Раствор охлаждают, прибавляют от 1,5 до 3 г йодистого калия, перемешивают до растворения соли и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия до бледно-желтой окраски. Приливают от 2 до 3 см^3 раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения бледно-синей окраски раствора.

Массовую концентрацию раствора тиосульфата натрия C, выраженную в граммах меди на 1 см^3 раствора, г/см^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V}, \quad (1)$$

где m — масса навески меди, г;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см^3.

Титрованный раствор устойчив в течение одного месяца.

4.1.3.6 При приготовлении раствора роданистого аммония массовой концентрации 100 г/дм^3 навеску соли массой 100 г растворяют в воде, доливают объем раствора до 1000 см^3 при перемешивании. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

4.1.4 Порядок выполнения измерений

4.1.4.1 Определение меди с предварительным отделением ее от мешающих компонентов:

а) навеску пробы, взятую с точностью до четвертого десятичного знака после запятой (см. таблицу 2), помещают в стакан вместимостью 250 (400) см^3 или коническую колбу вместимостью 250 см^3, смачивают небольшим количеством воды, добавляют от 0,2 до 0,5 г фтористого аммония, приливают 10 см^3 смеси кислот № 1, закрывают часовым стеклом (фарфоровой крышкой или чашкой) и выдерживают на холоде до прекращения бурной реакции выделения оксидов азота; стекло (крышку, чашку) снимают, обмывают его водой над колбой (стаканом), помещают колбу на горячую плиту, нагревают до полного разложения навески, затем выпаривают раствор досуха.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Масса навески, г	Молярная концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм^3
От 2,00 до 5,00 включ.	0,5	0,015
Св. 5,00 » 20,0 »	0,5	0,05
Св. 20,0	0,2—0,5	0,1

При содержании в пробе пыли мышьяка или сурьмы более 0,1% проводят их отгонку. Для этого к сухому остатку добавляют от 3 до 5 см^3 соляной кислоты и от 3 до 5 см^3 бромистоводородной кислоты, нагревают и выпаривают досуха. Вновь добавляют от 3 до 5 см^3 бромистоводородной кислоты и выпаривание повторяют. К сухому остатку приливают от 3 до 5 см^3 соляной кислоты и выпаривают до влажных солей; эту операцию повторяют еще раз;

б) допускается проводить растворение следующим образом: навеску пробы (см. таблицу 2) помещают в стакан вместимостью 250 (400) см^3 или коническую колбу вместимостью 250 см^3, смачивают небольшим количеством воды, приливают от 10 до 15 см^3 соляной кислоты, прибавляют от 0,5 до 1 г фтористого аммония и выпаривают раствор при нагревании досуха, не перекаливая остаток. Прибавляют 0,5 г сернокислого гидразина и 0,1 г бромистого калия или от 3 до 5 см^3 бромистоводородной кислоты, приливают 10 см^3 соляной кислоты и снова выпаривают до получения сухого остатка. Затем приливают от 10 до 15 см^3 азотной кислоты, накрывают стакан часовым стеклом (фарфоровой крышкой, чашкой) и оставляют без нагревания до прекращения выделения оксидов азота, выпаривают при нагревании до сиропообразного состояния. Приливают 10 см^3 соляной кислоты и упаривают до влажных солей; эту операцию повторяют еще раз.

К остатку, полученному любым из указанных способов, приливают от 10 до 15 см^3 серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, и выпаривают до появления густых паров серной кислоты.

Если раствор приобретает темную окраску и/или в растворе остаются корольки серы темной окраски, то для их окисления, в момент выделения паров серной кислоты, прибавляют по каплям азотную кислоту или небольшими порциями прибавляют от 0,02 до 0,05 г азотнокислого аммония до обесцвечивания раствора. Колбу (стакан) охлаждают, обмывают стенки колбы (стакана) водой и снова упаривают до выделения густых паров серной кислоты.

К охлажденному остатку приливают от 80 до 90 $см^3$ воды, перемешивают и кипятят в течение 5—10 мин. Раствор с осадком охлаждают в проточной воде в течение от 1 до 2 ч или оставляют до следующего дня.

Примечание — Допускается не оставлять раствор до следующего дня, если определение массовой доли свинца не проводят.

Фильтруют нерастворимый остаток через фильтр средней плотности с фильтробумажной массой в коническую колбу (стакан) вместимостью 500 (400) $см^3$. Колбу (стакан) и фильтр с осадком промывают 2—3 раза серной кислотой, разбавленной в соотношении 2:98, затем 7 или 8 раз холодной водой до отрицательной реакции на трехвалентное железо с раствором роданистого аммония.

Примечание — Осадок на фильтре допускается использовать для измерения массовой доли свинца.

Объем фильтрата должен быть не менее 200 $см^3$. Раствор нагревают до кипения и при перемешивании небольшими порциями прибавляют горячий раствор тиосульфата натрия массовой концентрации 200 $г/дм^3$ до обесцвечивания раствора и избыток от 10 до 15 $см^3$. Раствор кипятят до полной коагуляции осадка сульфида меди и серы.

Затем скоагулированный осадок фильтруют на фильтр средней плотности, протирают стенки колбы кусочком фильтровальной бумаги и промывают колбу и фильтр с осадком 8 или 10 раз горячей водой.

Фильтр с осадком помещают в фарфоровый (кварцевый) тигель, на дно которого помещают несколько кусочков фильтровальной бумаги, высушивают при умеренном нагревании и сжигают, затем прокаливают при температуре от 650 °С до 700 °С в муфельной печи в течение от 30 до 40 мин. Тигель с осадком охлаждают на воздухе.

Прокаленный осадок оксида меди переносят в колбу или стакан, в которых проводилось растворение пробы, следы осадка в тигле растворяют при нагревании в нескольких каплях азотной кислоты, раствор переливают в ту же колбу или стакан, приливают от 5 до 6 $см^3$ смеси кислот № 2 и выпаривают почти досуха (должны остаться 1—2 капли кислоты). Остаток охлаждают, обмывают стенки колбы или стакана водой и выпаривают раствор до обильного выделения паров серной кислоты.

К охлажденному остатку приливают от 10 до 20 $см^3$ воды, 0,05 г фтористого натрия и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают, добавляют от 1,5 до 3 г йодистого калия, перемешивают до растворения соли. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,015; 0,05 или 0,1 $моль/дм^3$ до светло-желтой окраски раствора. Затем приливают от 2 до 3 $см^3$ раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения бледно-синей окраски раствора.

Через все стадии измерений проводят холостой опыт на загрязнение реактивов.

Примечание — Допускается применение других способов разложения навески, обеспечивающих переведение аналита в раствор.

4.1.5 Обработка результатов измерений

4.1.5.1 Массовую долю меди X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{CV100}{m}, \qquad (2)$$

где C — массовая концентрация раствора тиосульфата натрия по меди, $г/см^3$;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, с учетом объема раствора, израсходованного на титрование холостого опыта, $см^3$;

m — масса навески пыли, г.

4.1.5.2 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 наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2.1).

4.1.5.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, 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).

4.2 Трилонометрический метод

4.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- весы с наибольшим пределом взвешивания 200 г специального класса точности по ГОСТ Р 53228 с дискретностью 0,0001 г;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева не менее 350 °С или аналогичную;
- печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева до 1100 °С;
- шкаф сушильный с электрообогревом и терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева до 110 °С;
- pH-метр любого типа;
- колбы Кн-2-100-19/26 ТХС, Кн-2-500-19/26 ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканы В(Н)-1-100 ТХС, В(Н)-1-250(400) ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы мерные 2-100-2 по ГОСТ 1770;
- бюретки 1-2-25-01, 1-2-50-01 по ГОСТ 29251;
- воронки конические по ГОСТ 19908;
- мензурки, цилиндры по ГОСТ 1770.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709 или воду для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную в соотношении 1:1;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную в соотношении 1:1;
- аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный в соотношении 1:1;
- кислоту уксусную по ГОСТ 61;
- аммоний фтористый по ГОСТ 4518, раствор массовой концентрации 200 г/дм^3;
- аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор массовой концентрации 20 г/дм^3;
- аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор массовой концентрации 150 г/дм^3;
- водорода пероксид по ГОСТ 10929, разбавленный в соотношении 6:100;
- фильтры обеззоленные по [3] или аналогичные;
- медь по ГОСТ 859 марки не ниже М0;
- натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор массовой концентрации 200 г/дм^3;
- соль динатриевую этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652; растворы молярных концентраций 0,05 моль/дм^3, 0,075 моль/дм^3;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026;
- ксиленоловый оранжевый индикатор по [4], раствор массовой концентрации 5 г/дм^3; смесь с хлористым натрием в соотношении 1:100, хорошо растертая;
- тетра (динатриевую соль бис-тетразолилазоэтилацетата) индикатор по [5], раствор массовой концентрации 5 г/дм^3.

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.

4.2.2 Метод измерений

Метод основан на титровании меди раствором комплексона III (трилона Б) при уровне pH от 5,6 до 5,8 с индикатором тетра. Диапазон измерений массовой доли меди — от 2,00 % до 30,0 %.

4.2.3 Подготовка к выполнению измерений

4.2.3.1 Приготовление раствора фтористого аммония массовой концентрации 200 г/дм^3

Навеску фтористого аммония массой 20 г растворяют в небольшом количестве воды, помещают в стакан (колбу) вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде в течение трех месяцев.

4.2.3.2 Приготовление буферного раствора

При приготовлении буферного раствора с уровнем pH от 5,6 до 5,8 к раствору уксуснокислого аммония приливают уксусную кислоту до получения необходимого значения pH (на 1 дм^3 раствора требуется примерно 30 см^3 ледяной уксусной кислоты), уровень pH раствора проверяют с помощью pH-метра. При необходимости корректируют уровень pH добавлением аммиака или соляной кислоты. Срок хранения раствора — три месяца.

4.2.3.3 Приготовление растворов трилона Б молярной концентрации 0,05 (0,075) моль/дм^3

Приготовление раствора 2-водной динатриевой соли этилендиамина-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты (трилона Б) молярной концентрации 0,05 моль/дм^3: навеску соли массой 18,6 г растворяют в 1000 см^3 воды и перемешивают. Хранят в полиэтиленовом сосуде. Срок хранения — три месяца.

Приготовление раствора 2-водной динатриевой соли этилендиамина-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты (трилона Б) молярной концентрации 0,075 моль/дм^3: навеску соли массой 27,9 г растворяют в 1000 см^3 воды и перемешивают. Хранят в полиэтиленовом сосуде. Срок хранения — три месяца.

4.2.3.4 Установление массовых концентраций 0,05 (0,075) моль/дм^3 растворов трилона Б для титрования меди

При установлении массовых концентраций 0,05 (0,075) моль/дм^3, растворов трилона Б навеску меди массой от 0,0790 до 0,0890 и от 0,0490 до 0,0590 г соответственно помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, приливают 15 см^3 азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, и растворяют при нагревании до температуры от 40 °С до 60 °С до полного растворения меди. Приливают от 50 до 60 см^3 воды и кипятят в течение от 5 до 10 мин. Охлаждают, нейтрализуют раствором аммиака, разбавленным в соотношении 1:1, до полного перехода меди в синий аммиачный комплекс. Затем приливают 30 см^3 буферного раствора с pH от 5,6 до 5,8, разбавляют водой от 150 до 180 см^3, прибавляют 4—5 капель раствора индикатора тетра массовой концентрации 5 г/дм^3 и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора в зеленую.

Массовую концентрацию раствора трилона Б, выраженную в граммах меди на 1 см^3 раствора, C, г/см^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V}, \qquad (3)$$

где m — масса навески меди, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

4.2.3.5 Приготовление раствора уксуснокислого аммония массовой концентрации 150 г/дм^3

Навеску уксуснокислого аммония массой 150 г помещают в стакан вместимостью 1000 см^3, приливают от 100 до 200 см^3 воды и перемешивают раствор до полного растворения соли. Затем раствор доливают водой до 1000 см^3 и перемешивают.

4.2.3.6 Приготовление раствора индикатора тетра (динатриевая соль бис-тетразолилазоэтилацетата) массовой концентрации 5 г/дм^3

Навеску индикатора массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают от 20 до 30 см^3 воды и перемешивают раствор до полного растворения навески. Полученный раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки. Если раствор мутный, его отфильтровывают через плотный фильтр. Срок хранения раствора — один год в местах, защищенных от света.

4.2.3.7 Приготовление раствора хлористого аммония массовой концентрации 20 г/дм^3

Навеску соли хлористого аммония массой 20 г растворяют в небольшом количестве воды, помещают в стакан (колбу) вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Срок хранения раствора — один год.

4.2.4 Порядок выполнения измерений

Через все стадии измерений проводят холостой опыт на загрязнение реактивов.

Фильтрат, полученный после отделения осадка сернокислого свинца по 4.1.4.1, подогревают до температуры от 50 °С до 60 °С, прибавляют от 1 до 2 г хлористого аммония, затем аммиак до выпадения осадка гидроксида железа и еще небольшой избыток (от 5 до 10 $см^3$). Полученный раствор нагревают до температуры, близкой к кипению. Осадок фильтруют через фильтр средней плотности, промывают горячим раствором хлористого аммония массовой концентрации 20 $г/дм^3$ от трех до четырех раз, затем осадок с неразвернутого фильтра смывают водой в колбу, в которой проводилось осаждение гидроксида железа, приливают от 3 до 5 $см^3$ серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, горячей воды до объема 80 $см^3$ и повторяют осаждение железа, как описано выше.

Осадок отфильтровывают на фильтр и промывают два-три раза горячим раствором хлористого аммония массовой концентрации 20 г/ $дм^3$, затем пять или шесть раз водой. Фильтрат (2) кипятят до полного удаления запаха аммиака, опустив два-три кусочка фильтровальной бумаги (во избежание разбрызгивания), и уменьшения объема раствора до 200 $см^3$.

Раствор охлаждают, прибавляют 20 $см^3$ раствора фтористого аммония массовой концентрации 200 $г/см^3$, 15 $см^3$ раствора тиосульфата натрия массовой концентрации 200 $г/см^3$ до полного связывания меди в комплекс (раствор обесцвечивается), 30 $см^3$ буферного раствора с уровнем pH от 5,6 до 5,8, от 0,05 до 0,1 г смеси индикатора ксиленолового оранжевого с хлористым натрием или 2—3 капли его раствора и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из малиново-красной в желтую (объем раствора трилона Б не учитывают при расчете).

В оттитрованный раствор для разрушения тиосульфатного комплекса меди прибавляют при перемешивании 10 $см^3$ раствора пероксида водорода, разбавленного в соотношении 6:100, и оставляют на 15—20 мин. Прибавляют 6—7 капель индикатора тетра и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из кирпичной в зеленую (при высокой массовой доле меди) или в желтую (при низкой массовой доле меди).

4.2.5 Обработка результатов измерений

4.2.5.1 Массовую долю меди X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{CV}{m}100, \quad (4)$$

где C — массовая концентрация раствора трилона Б с учетом холостого опыта, $г/см^3$;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, с учетом объема раствора трилона Б, израсходованного на титрование холостого опыта, $см^3$;

m — масса навески пробы, г.

4.2.5.2 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 наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2.1).

4.2.5.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, 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 и растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрометр атомно-абсорбционный с пламенным атомизатором и источником излучения на медь;
- компрессор воздушный;
- весы с наибольшим пределом взвешивания 200 г 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 диапазоном объема дозирования от 2000 до 10000 мкл с относительной погрешностью объема дозирования не более 1,0 %;
- колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-200-2, 2-250-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В(Н)-1-250 (400) ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы Кн-2-250-19/26 ТХС по ГОСТ 25336;
- посуда (чашки, тигли) из стеклоуглерода марки СУ-2000 по [7];
- щипцы стальные для тиглей;
- мензурки, цилиндры по ГОСТ 1770;
- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- стандартные образцы (СО) состава раствора ионов меди 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 $2 \cdot 10^2$ — $6 \cdot 10^2$ Па;
- ацетилен по ГОСТ 5457;
- пропан-бутан по ГОСТ 20448;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную в соотношении 1:1, разбавленную в соотношении 1:50;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную в соотношении 1:1 и молярной концентрации 1 моль/дм^3;
- смесь соляной и азотной кислот (3:1);
- медь по ГОСТ 859 марки не ниже М0;
- аммоний фтористый по ГОСТ 4518;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- фильтры обеззоленные по [3] или аналогичные;
- кислоту хлорную по [6].

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 меди, при длинах волн 324,7 и 327,4 нм, после введения анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух или пропан-бутан-воздух. Переведение пробы в раствор осуществляют кислотной обработкой навески пробы. Диапазон измерений массовой доли меди — от 0,50 % до 15,0 %.

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 известной концентрации из металлической меди

Приготовление раствора меди А массовой концентрации 1 мг/см^3: навеску меди массой 1,0000 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, растворяют в 50 см^3 азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, при нагревании до температуры от 40 °С до 60 °С. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Приготовление раствора Б массовой концентрации 0,1 мг/см^3: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Приготовление раствора В массовой концентрации 0,01 мг/см^3: 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора А — один год, раствора Б — три месяца, раствор В применяют свежеприготовленным.

5.3.3 Приготовление растворов известной концентрации из стандартных образцов

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 меди (1 мг/см^3) и доводят до метки азотной кислотой молярной концентрации 1 моль/дм^3.

Срок хранения раствора — три месяца.

5.3.4 Построение градуировочного графика

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

Таблица 3

Аликвота раствора меди с массовой концентрацией 0,0001 г/см^3	Массовая концентрация меди, мг/см^3	Массовая доля меди, % (из расчета 0,1 г пробы в 100 см^3 раствора)
0	0	0
0,5	0,0005	0,05
1,0	0,001	0,10
2,0	0,002	0,20
5,0	0,005	0,50
10,0	0,010	1,0
15,0	0,015	1,5
Примечание — Концентрации градуировочных растворов 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.		

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

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

Градуировочные графики получают в координатах: по оси абсцисс — массовая концентрация меди в градуировочных растворах, выраженная в миллиграммах на кубический сантиметр, 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 меди приведены в таблице 4.

Таблица 4

Диапазон измерений массовой доли меди, %	Рекомендуемая масса навески пробы, г	Рекомендуемое разведение, см^3
До 0,50	0,5	100
От 0,50 до 1,20	0,2	100
От 1,20 до 2,00	0,1	100
От 2,00 до 4,50	0,1	200

Окончание таблицы 4

Диапазон измерений массовой доли меди, %	Рекомендуемая масса навески пробы, г	Рекомендуемое разведение, $см^3$
Св. 5,00	0,1	250 с последующим разбавлением раствора
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.		

Через все стадии измерений проводят холостой опыт на загрязнение реактивов.

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 стакан или колбу вместимостью 250 $см^3$, смачивают водой, добавляют 0,2 г фтористого аммония, приливают от 20 до 30 $см^3$ соляной кислоты, нагревают в течение от 15 до 20 мин, затем добавляют от 10 до 20 $см^3$ азотной кислоты, нагревают до растворения навески пробы и выпаривают до влажных солей;

б) навеску пробы помещают в стакан или колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают от 15 до 20 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот (3:1) и оставляют на холоде до прекращения бурной реакции. Затем раствор нагревают до растворения навески пробы и выпаривают раствор досуха, не перекаливая остаток. Сухой остаток обрабатывают 10 $см^3$ соляной кислоты и выпаривают досуха, не перекаливая осадок;

в) 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 и оставляют до прекращения бурной реакции. Затем приливают от 10 до 20 $см^3$ фтористоводородной кислоты и 5 $см^3$ хлорной кислоты. Раствор нагревают до разложения основной массы навески пробы и продолжают нагревание до выделения густых паров хлорной кислоты. Чашку (тигель) снимают с плиты, обмывают стенки водой и вновь нагревают содержимое чашки (тигля), выпаривая его досуха, не перекаливая осадок. Чашку охлаждают;

г) 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 $см^3$ хлорной кислоты. Затем раствор нагревают до разложения основной массы навески пробы и продолжают нагревание до выделения густых паров хлорной кислоты. Чашку (тигель) снимают с плиты, ополаскивают стенки водой и вновь нагревают содержимое чашки (тигля), выпаривая его досуха, не перекаливая осадок. Чашку охлаждают.

Полученный сухой остаток охлаждают; в посуду, в которой проводили разложение пробы, приливают 10 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, от 10 до 20 $см^3$ воды и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 (200, 250) $см^3$. Если необходимо, то приливают соляную кислоту, разбавленную в соотношении 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 значения абсорбции меди проводят с использованием 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 воздух-ацетилен. Выполняют не менее двух измерений аналитического сигнала меди в каждом растворе при длине волны 324,7 или 327,4 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 меди по градуировочному графику. Если концентрация меди 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, доливают до метки фоновым раствором соляной кислоты 5 % по объему и перемешивают.

Допускается использовать для атомизации пробы пламя пропан-бутан-воздух, если расхождение между параллельными определениями не превышает значений, указанных в таблице 1.

5.5 Обработка результатов измерений

5.5.1 Расчет и хранение результатов измерений проводят с использованием программного обеспечения, входящего в комплект атомно-абсорбционного спектрометра.

Результаты измерений меди в анализируемой пробе X, %, с учетом массы навески и разведения рассчитывают и хранят в управляющей программе атомно-абсорбционного спектрометра и выводят на экран монитора.

5.5.2 Массовую долю меди X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{CV100}{m1000} = \frac{CV}{m10}, \quad (5)$$

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

V — объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

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

$$X_1 = \frac{CVV_1100}{mV_21000} = \frac{CVV_1}{mV_210}, \quad (6)$$

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

V — объем анализируемого раствора, см^3;

V_1 — конечный объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г;

V_2 — объем аликвоты раствора, см^3.

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 наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2.1).

5.5.5 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, 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).

5.6 Допускается измерение массовой доли меди 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 5932-013-002288679—99	Посуда лабораторная из прозрачного кварцевого стекла
[3]	Технические условия ТУ 2642-001-45235143—2011	Фильтры бумажные лабораторные
[4]	Технические условия ТУ 6-09-1509—78	Ксиленоловый оранжевый, индикатор, чистый для анализа
[5]	Технические условия ТУ 6-09-09-603—85	Тетра (динатриевая соль бис-тетразолилазоэтилацетата) индикатор
[6]	Технические условия ТУ 6-09-2878—84	Реактивы. Кислота перхлорная
[7]	Технические условия ТУ 1916-027-27208846—01	Посуда лабораторная из стеклоуглерода марки СУ-2000

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 меди, градуировочный график, диапазон измерений, показатель точности

БЗ 8—2017/250

Редактор *И.В. Кириленко*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 20.07.2017. Подписано в печать 28.07.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10. Тираж 21 экз. Зак. 1239.
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