ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57060— 2016

МЕДЬ

Измерение массовой доли примесей в меди методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

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 9 сентября 2016 г. № 1109-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). 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, 2016

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Характеристики показателей точности измерений 2
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы 2
5 Метод измерений 3
6 Подготовка к выполнению измерений 3
7 Выполнение измерений 5
8 Обработка результатов измерений 6
Библиография 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЕДЬ

Измерение массовой доли примесей в меди методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Copper. Measurement of impurities mass fraction in copper by an inductively coupled plasma atomic emission spectrometry method

Дата введения — 2017—07—01

1 Область применения

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

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

Таблица 1 — Диапазон измерений массовых долей компонентов в меди

В млн$^{-1}$ (ppm)

Компонент	Диапазон массовой доли компонента	Компонент	Диапазон массовой доли компонента
Марганец	От 0,01 до 10,0 включ.	Свинец	От 0,05 до 10,0 включ.
Хром	От 0,01 до 10,0 включ.	Фосфор	От 0,05 до 10,0 включ.
Мышьяк	От 0,05 до 10,0 включ.	Сурьма	От 0,05 до 10,0 включ.
Олово	От 0,05 до 10,0 включ.	Железо	От 0,10 до 10,0 включ.
Висмут	От 0,05 до 10,0 включ.	Теллур	От 0,10 до 10,0 включ.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 860—75 Олово. Технические условия

ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия

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

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

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

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

ГОСТ 9849—86 Порошок железный. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10928—90 Висмут. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 22861—93 Свинец высокой чистоты. Технические условия
ГОСТ 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 25086—2011 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 31382—2009 Медь. Методы анализа
ГОСТ Р 53228—2008 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

Точность измерений массовой доли компонентов в 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 2.

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

В млн$^{-1}$ (ppm)

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений массовой доли компонента	Показатель точности ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
			повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
Марганец, хром	От 0,010 до 0,03 включ. Св. 0,03 » 0,30 » » 0,30 » 3,00 » » 3,0 » 10,0 »	0,40X 0,31X 0,24X 0,15X	0,40X 0,31X 0,24X 0,15X	0,56X 0,45X 0,34X 0,22X
Мышьяк, олово, висмут, свинец, фосфор, сурьма	От 0,05 до 0,30 включ. Св. 0,30 » 3,00 » » 3,0 » 10,0 »	0,40X 0,28X 0,15X	0,40X 0,28X 0,15X	0,56X 0,40X 0,22X
Железо, теллур	От 0,10 до 0,30 включ. Св. 0,30 » 3,00 » » 3,0 » 10,0 »	0,40X 0,31X 0,24X	0,40X 0,31X 0,24X	0,56X 0,40X 0,34X
Примечание — X — результат измерений.				

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- атомно-эмиссионный спектрометр с аксиальным наблюдением плазмы, имеющий оптическое разрешение не менее 0,006 нм на длине волны 182 нм;

- весы с наибольшим пределом взвешивания 200 г специального класса точности по ГОСТ Р 53228 с дискретностью 0,0001 г;
- систему для разложения проб типа HotBlock с полипропиленовыми пробирками вместимостью не менее 50 $см^3$, с делениями, с закручивающимися крышками;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева до 350 °С или аналогичную;
- колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-2000-2 по ГОСТ 1770;
- банки полиэтиленовые или полипропиленовые для хранения растворов вместимостью 200 и 2000 $см^3$.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:
- воду бидистиллированную или деионизированную с сопротивлением не ниже 18 МОм/см;
- кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125 и разбавленную в соотношении 1:3;
- кислоту соляную особой чистоты по ГОСТ 14261 и разбавленную в соотношении 1:1 и 1:10;
- аммиак водный по ГОСТ 24147 ос. ч. 23-5 и разбавленный в соотношении 1:19;
- аргон газообразный высшего сорта по ГОСТ 10157;
- мышьяк металлический особо чистый по [2];
- висмут по ГОСТ 10928 марки Ви00;
- калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, х. ч.;
- железо восстановленное или порошок железный по ГОСТ 9849;
- марганец по ГОСТ 6008 марки Мр 00;
- сурьма по ГОСТ 1089 не ниже марки Су000;
- аммоний фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 3771;
- свинец по ГОСТ 22861 не ниже марки С00;
- скандия оксид марки ОС-99,998 по [3];
- олово по ГОСТ 860 не ниже марки О1 пч;
- теллур металлический особой чистоты по [4] или [5];
- 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.

5 Метод измерений

Метод основан на возбуждении атомов и ионов компонентов в плазменном разряде и измерении интенсивности излучаемых линий.

Метод предусматривает растворение образцов меди в азотной кислоте, соосаждение гидроксидов примесей на гидроксиде скандия, растворение полученного осадка в смеси соляной и азотной кислот.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Подготовка прибора к выполнению измерений

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

6.2 Приготовление растворов известной концентрации

6.2.1 При приготовлении раствора скандия массовой концентрации 1000 мкг/$см^3$ в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$ помещают навеску оксида скандия массой 0,3835 г и приливают 10 $см^3$ азотной кислоты. Пробирку закрывают крышкой, помещают в систему HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения оксида. Пробирку достают, охлаждают в течение 5 мин, открывают, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доливают соляной кислотой, разбавленной в соотношении 1:1 до метки, и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку. Срок хранения раствора — 1 год.

6.2.2 Приготовление многокомпонентного раствора

При приготовлении раствора марганца и висмута в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$ помещают по 0,1000 г марганца и висмута, приливают 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной в

соотношении 1:3. Через 15 мин пробирку закрывают крышкой, нагревают в системе HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения металлов.

При приготовлении раствора мышьяка, олова, сурьмы, теллура, железа в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$ помещают по 0,1000 г мышьяка, олова, сурьмы, теллура и железа, приливают 20 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот (3:1). Через 15 мин пробирку закрывают крышкой, нагревают в системе HotBlock при температуре 90 °С и выдерживают до полного растворения металлов.

При приготовлении раствора хрома и фосфора в полипропиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$ помещают 0,2828 г двухромовокислого калия, 0,3714 г фосфорнокислого однозамещенного аммония, приливают 20 $см^3$ воды и растворяют соли.

В мерную колбу вместимостью 2000 $см^3$ приливают 1000 $см^3$ воды, 300 $см^3$ соляной кислоты и приготовленные растворы из полипропиленовых пробирок. доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация мышьяка, золота, висмута, хрома, марганца, фосфора, свинца, сурьмы, олова, теллура, железа — 50 мкг/$см^3$.

Срок хранения раствора — 1 год.

6.3 Приготовление градуировочных растворов

6.3.1 Приготовление градуировочного раствора С0

Для приготовления градуировочного раствора С0 в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ приливают 25 $см^3$ воды, 10 $см^3$ соляной кислоты, по 4 $см^3$ раствора скандия и азотной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация мышьяка, висмута, хрома, марганца, фосфора, свинца, сурьмы, олова, теллура, железа — 0 мкг/$см^3$, скандия — 80 мкг/$см^3$.

Срок хранения раствора — 1 месяц.

6.3.2 Приготовление градуировочного раствора С1

Для приготовления градуировочного раствора С1 в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ приливают 25 $см^3$ воды, 10 $см^3$ соляной кислоты, по 4 $см^3$ раствора скандия и азотной кислоты, 0,4 $см^3$ многокомпонентного раствора, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку.

Массовая концентрация мышьяка, висмута, хрома, марганца, фосфора, свинца, сурьмы, олова, теллура, железа — 0,2 мкг/$см^3$, скандия — 80 мкг/$см^3$.

Срок хранения раствора — 1 месяц.

6.3.3 Приготовление градуировочного раствора С2

Для приготовления градуировочного раствора С2 в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ приливают 25 $см^3$ воды, 10 $см^3$ соляной кислоты, по 4 $см^3$ раствора скандия и азотной кислоты, 2 $см^3$ многокомпонентного раствора, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в пластиковую банку.

Массовая концентрация мышьяка, висмута, хрома, марганца, фосфора, свинца, сурьмы, олова, теллура, железа — 1,0 мкг/$см^3$, скандия — 80 мкг/$см^3$.

6.4 Построение градуировочных графиков

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

Все измерения интенсивности линий определяемых компонентов выполняют в соответствии с таблицей 3 относительно интенсивностей линии внутреннего стандарта — скандия 227,318 нм.

Таблица 3 — Отнесение линий компонентов

Наименование определяемого компонента	Рекомендуемые длины волн, нм	Наименование определяемого компонента	Рекомендуемые длины волн, нм
Марганец	257,610	Свинец	405,783
Хром	205,560	Фосфор	178,284
Мышьяк	189,042	Сурьма	206,833
Олово	189,989	Железо	259,940
Висмут	190,234	Теллур	182,215

Выполняют не менее двух параллельных измерений аналитических сигналов компонентов в каждом градуировочном растворе.

6.5 Параметры измерений

Устанавливают параметры измерений на спектрометрах серии iCAP 6000/7000 Duo (модели iCAP 6300 Duo, iCAP 6500 Duo, iCAP 7400 Duo, iCAP 7600 Duo) в соответствии с таблицей 4.

Таблица 4 — Параметры измерений

Наименование параметра	Характеристика
Обзор плазмы	Аксиальный
Режим измерений iCAP 6300 Duo iCAP 6500 Duo, iCAP 7400 Duo, iCAP 7600 Duo	 Точность Скорость
Число параллельных измерений	2
Время промывки до анализа, с	25—40
Время интегрирования детектора, с	30
Примечание — Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности атомно-эмиссионного спектрометра (за исключением параметра «время интегрирования детектора».	

6.6 Параметры источника индуктивно связанной плазмы

Мощность плазмы, расход аргона и другие параметры устанавливают, чтобы достигнуть оптимальных значений по чувствительности и точности определения компонентов.

Таблица 5 — Параметры источника индуктивно связанной плазмы

Наименование параметра	Характеристика
Мощность, подводимая к плазме, Вт	1150
Скорость вращения перистальтического насоса во время промывки, об/мин	60
Скорость вращения перистальтического насоса во время измерений, об/мин	60
Время успокоения плазмы при переходе от измерений одной группы компонентов к другой, с	7
Расход распылительного потока аргона, $дм^3$/мин	0,7
Распылитель	Концентрический, типа ARG-07-USS2
Распылительная камера	Циклонная
Инжектор горелки	Кварцевый, внутренний диаметр — 2 мм
Расход вспомогательного потока аргона, $дм^3$/мин	0,5
Расход охлаждающего потока аргона, $дм^3$/мин	12
Примечание — Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены для достижения максимальной чувствительности атомно-эмиссионного спектрометра.	

7 Выполнение измерений

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

ние 60 мин. Пробирку вынимают, охлаждают до комнатной температуры и вводят 2 $см^3$ раствора скандия. Раствор перемешивают. В пробирку добавляют аммиак в таком количестве (примерно 20 $см^3$), чтобы вся медь перешла в аммиачный комплекс. Раствор оставляют на 1 час в теплом месте для коагуляции осадка. Раствор фильтруют через фильтр «красная лента». Осадок на фильтре промывают 3 раза теплым раствором аммиака, разбавленным в соотношении 1:19. Фильтр разворачивают и смывают осадок в полипропиленовую пробирку, в которой проводили растворение пробы и осаждение гидроксида скандия, используя 10 $см^3$ теплой соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1. В раствор приливают 2 $см^3$ азотной кислоты. Раствор в открытой пробирке упаривают в системе HotBlock при температуре 120 °С до объема 5 $см^3$. Раствор охлаждают, доливают водой до метки 25 $см^3$ и перемешивают.

Одновременно проводят холостой опыт.

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

7.3 Массовую долю компонентов в меди устанавливают по градуировочным графикам.

8 Обработка результатов измерений

8.1 Обработку и хранение результатов измерений массовой концентрации определяемого компонента в пробе проводят с использованием программного обеспечения, входящего в комплект спектрометра.

8.2 Массовую долю компонента X, $млн^{-1}$ (ppm), вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)V}{m}, \quad (1)$$

где m_1 — массовая концентрация компонента в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, $мкг/см^3$;

m_2 — массовая концентрация компонента в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, $мкг/см^3$;

m — масса навески меди;

V — объем анализируемого раствора, $см^3$.

8.3 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) предела повторяемости r, приведенных в таблице 2.

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

8.4 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 2. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

Библиография

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

[2] Технические условия ТУ 113-12-112—89 — Мышьяк металлический для полупроводниковых соединений особо чистый

[3] Технические условия ТУ 48-4-417—87 — Скандия окись марки ОС-99,998

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

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

[6] Технические условия ТУ 264221-001-05015242—07 — Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)

УДК 669.3.001.4:006.354 ОКС 77.120.30

Ключевые слова: медь, компонент, измерение массовой доли, метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой, градуировочные растворы, диапазон измерений, показатель точности

Редактор *А.А. Лиске*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 14.09.2016. Подписано в печать 22.09.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12. Тираж 32 экз. Зак. 2255.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

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

gost.e-ecolog.ru