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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33730— 2016

ПЛАТИНА

Метод атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Красноярский завод цветных металлов имени В.Н. Гулидова» (ОАО «Красцветмет»), Открытым акционерным обществом «Приокский завод цветных металлов» (ОАО ПЗЦМ), Открытым акционерным обществом «Иргиредмет» (ОАО «Иргиредмет»), Федеральным казенным учреждением «Государственное учреждение по формированию Государственного фонда драгоценных металлов и драгоценных камней Российской Федерации, хранению, отпуску и использованию драгоценных металлов и драгоценных камней (Гохран России) при Министерстве финансов Российской Федерации»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации МТК 102 «Платиновые металлы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 февраля 2016 г. № 85-П)

За принятие проголосовали:

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

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 июня 2016 г. № 587-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33730—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 Подготовлен на основе применения ГОСТ Р 52519—2006[1)]

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

[1)] Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 9 июня 2016 г. № 587-ст ГОСТ Р 52519—2006 отменен с 1 января 2017 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в указателе «Национальные стандарты». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Национальные стандарты», а текст изменений — в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2016

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 2
5 Точность (правильность и прецизионность) метода . . . 3
5.1 Показатели точности метода . . . 3
5.2 Правильность . . . 4
5.3 Прецизионность . . . 4
6 Требования . . . 4
7 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы . . . 4
8 Подготовка к анализу . . . 6
8.1 Приготовление основных растворов . . . 6
8.2 Приготовление раствора платины с массовой концентрацией 100 мг/см^3 . . . 7
8.3 Приготовление промежуточных растворов . . . 7
8.4 Требования к маркировке и условиям хранения основных и промежуточных растворов . . . 8
8.5 Приготовление градуировочных образцов . . . 8
9 Проведение анализа . . . 9
9.1 Отбор и подготовка проб . . . 9
9.2 Проведение измерений . . . 10
10 Расчет и оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа . . . 11
11 Оформление результатов измерений . . . 11
12 Контроль точности результатов анализа . . . 11
12.1 Контроль промежуточной прецизионности и воспроизводимости . . . 11
12.2 Контроль правильности . . . 12
Библиография . . . 12

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПЛАТИНА

Метод атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой

Platinum. Method of inductively coupled plasma atomic-emission analysis

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на платину в слитках и порошке с массовой долей платины не менее 99,8 %, предназначенную для производства сплавов, полуфабрикатов, химических соединений платины и других целей.

Настоящий стандарт устанавливает атомно-эмиссионный (с индуктивно связанной плазмой) метод определения примесей: алюминия, висмута, железа, золота, иридия, кадмия, кальция, кремния, магния, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, олова, палладия, родия, рутения, свинца, серебра, сурьмы, теллура, хрома, цинка и циркония в платине.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 804—93 Магний первичный в чушках. Технические условия

ГОСТ 849—2008 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 859—2014 Медь. Марки

ГОСТ 860—75 Олово. Технические условия

ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия

ГОСТ 1467—93 Кадмий. Технические условия

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

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 3778—98 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4530—76 Реактивы. Кальций углекислый. Технические условия

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

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

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

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

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10928—90 Висмут. Технические условия

ГОСТ 11069—2001 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

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

Издание официальное

ГОСТ 12338—81 Иридий в порошке. Технические условия
ГОСТ 12342—2015 Родий аффинированный в порошке. Технические условия
ГОСТ 12343—79 Рутений в порошке. Технические условия
ГОСТ 13610—79 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия
ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 17614—80 Теллур технический. Технические условия
ГОСТ 19658—81 Кремний монокристаллический в слитках. Технические условия
ГОСТ 22861—93 Свинец высокой чистоты. Технические условия
ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 28058—2015 Золото в слитках. Технические условия
ГОСТ 28595—2015 Серебро в слитках. Технические условия
ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 31290—2005 Платина аффинированная. Технические условия
ГОСТ 31291—2005 Палладий аффинированный. Технические условия
ГОСТ ИСО 5725-1—2003[1)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
ГОСТ ИСО 5725-3—2003[2)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений
ГОСТ ИСО 5725-4—2003[3)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений
ГОСТ ИСО 5725-6—2003[4)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 соответствующим выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины и определения по ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ 8.010.

4 Сущность метода

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

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

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

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

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

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

Таблица 1 — Диапазоны измерений массовых долей определяемых элементов

В процентах

Элемент	Диапазон измерения массовых долей	Элемент	Диапазон измерения массовых долей
Алюминий	0,0008—0,0100	Никель	0,0005—0,0100
Висмут	0,0015—0,0200	Олово	0,0010—0,0100
Железо	0,0005—0,0500	Палладий	0,0005—0,0400
Золото	0,0005—0,0200	Родий	0,0007—0,0500
Иридий	0,0010—0,0300	Рутений	0,0005—0,0200
Кадмий	0,0005—0,0100	Свинец	0,0010—0,0100
Кальций	0,0008—0,0500	Серебро	0,0005—0,0200
Кремний	0,0007—0,0200	Сурьма	0,0010—0,0200
Магний	0,0005—0,0100	Теллур	0,0025—0,0200
Марганец	0,0005—0,0200	Хром	0,0005—0,0200
Медь	0,0005—0,0200	Цинк	0,0005—0,0100
Молибден	0,0005—0,0200	Цирконий	0,0005— 0,0400
Мышьяк	0,0010—0,0200		

5 Точность (правильность и прецизионность) метода

5.1 Показатели точности метода

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

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

В процентах

Уровень массовых долей определяемых элементов	Границы интервала абсолютной погрешности $\pm\Delta$	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Предел повторяемости r	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$	Предел промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$	Предел воспроизводимости R
0,0005	0,0003	0,00007	0,0002	0,00007	0,0002	0,0004
0,0010	0,0007	0,00018	0,0005	0,00018	0,0005	0,0008
0,0030	0,0010	0,0003	0,0008	0,0003	0,0008	0,0014
0,0050	0,0020	0,0004	0,0012	0,0004	0,0012	0,0028
0,0100	0,0030	0,0007	0,0020	0,0007	0,0020	0,0040
0,030	0,006	0,0011	0,003	0,0014	0,004	0,008
0,050	0,010	0,0011	0,003	0,0018	0,005	0,014

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

$$A_X = A_н + (X - C_н)\frac{A_в - A_н}{C_в - C_н}, \quad (1)$$

где A_X — значение показателя точности для результата анализа X, %;

$A_н, A_в$ — значения показателя точности, соответствующие нижнему и верхнему уровню массовых долей определяемых элементов, между которыми находится результат анализа, %;

X — результат анализа, %;

$C_н, C_в$ — нижний и верхний уровни массовых долей определяемых элементов, между которыми находится результат анализа, %.

5.2 Правильность

Для оценки систематической погрешности данного метода определения всех элементов (примесей) в платине использованы в качестве опорных аттестованные значения массовых долей элементов в государственных стандартных образцах состава платины (комплект Пл-35) ГСО 7351—97.

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

5.3 Прецизионность

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

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

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

6 Требования

6.1 Общие требования, требования к обеспечению безопасности выполняемых работ и обеспечению экологической безопасности — в соответствии с нормативными документами на общие требования к методам анализа драгоценных металлов и сплавов.

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

6.3 Отбор проб для анализа проводят в соответствии с технической документацией, принятой в установленном порядке.

7 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

Алюминий металлический по ГОСТ 11069.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765.

Аргон газообразный или жидкий высшего сорта по ГОСТ 10157.

Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой с возможностью проведения процедуры коррекции фона.

Бария пероксид (бария перекись) ос. ч. по [1].
Весы по ГОСТ OIML R 76-1, обеспечивающие требуемую точность взвешивания.
Висмут по ГОСТ 10928.
Воронки В-56–80 ХС по ГОСТ 25336.
Железо карбонильное, радиотехническое по ГОСТ 13610.
Золото по ГОСТ 6835 или ГОСТ 28058.
Иридий в порошке по ГОСТ 12338.
Кадмий металлический по ГОСТ 1467.
Калия гидроксид (калия гидроокись) по ГОСТ 24363 и растворы концентрацией 500 г/дм^3 и 5 г/дм^3.
Кальций углекислый по ГОСТ 4530.
Кислота азотная ос. ч. по ГОСТ 11125 и разбавленная в соотношении 1:1.
Кислота серная ос. ч. по ГОСТ 14262 и разбавленная в соотношении 1:9.
Кислота соляная ос. ч. по ГОСТ 14261 и разбавленная в соотношении 1:1, 1:3, 1:5.
Колбы мерные 1–25–2, 1–50–2, 1–100–2 по ГОСТ 1770.
Кремний монокристаллический в слитках по ГОСТ 19658.
Магний по ГОСТ 804.
Марганец металлический по ГОСТ 6008.
Медь по ГОСТ 859.
Мензурки 50, 100, 500 и 1000 по ГОСТ 1770.
Мышьяк металлический ос. ч. по [2].
Никель по ГОСТ 849.
Олово по ГОСТ 860.
Палладий по ГОСТ 31291.
Печь муфельная с терморегулятором с температурой нагрева до 1000 °С.
Пинцет медицинский.
Пипетки 1–1–1–1, 1–1–1–2, 1–1–1–5, 1–1–1–10 по ГОСТ 29227.
Платина марки ПлА-0, ПлАП-0 по ГОСТ 31290 с массовой долей каждой определяемой примеси не более нижней границы интервала содержаний, указанного в таблице 1.
Плита электрическая с закрытой спиралью.
Полиэтиленовые или тефлоновые банки вместимостью 100 см^3.
Родий в порошке по ГОСТ 12342.
Рутений в порошке по ГОСТ 12343.
Свинец высокой чистоты по ГОСТ 22861 или по ГОСТ 3778.
Серебро по ГОСТ 6836 или ГОСТ 28595.
Смесь соляной и азотной кислот в соотношении 3:1, свежеприготовленная.
Стаканчики для взвешивания (бюксы) стеклянные по ГОСТ 25336.
Стаканы В-1–100 ТХС, В-1–250 ТХС по ГОСТ 25336.
Стандартные образцы состава платины, образцы платины с ранее установленными в данной лаборатории значениями содержания элементов-примесей (пробы с принятым опорным значением).
Стекла часовые.
Ступка агатовая.
Сурьма по ГОСТ 1089.
Теллур по ГОСТ 17614.
Тефлоновые стаканы с крышками вместимостью от 50 до 100 см^3.
Тигли корундовые.
Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» по [3].
Хром металлический по ГОСТ 5905.
Шкаф сушильный с температурой нагрева до 150 °С.
Цинк по ГОСТ 3640.
Цирконий (IV) хлорокись по [4].

Массовая доля основного вещества в используемых металлах и реактивах не менее 99,9 %, если не указано иначе.

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

8 Подготовка к анализу

8.1 Приготовление основных растворов

8.1.1 Растворы с массовыми концентрациями родия, иридия, рутения 2 мг/см^3

Навеску металла массой (200,0 ± 0,2) мг тщательно перемешивают с 5-кратным количеством пероксида бария, перетирают в агатовой ступке, переносят в корундовый тигель и спекают в течение 2—3 ч при температуре (850 ± 50) °С (тигель ставят в холодный муфель). Спек охлаждают, переносят в стакан вместимостью 250 см^3, смачивают водой и растворяют при нагревании, не доводя до кипения, в растворе соляной кислоты в соотношении 1:1 до полного растворения. Если после растворения спека в растворе соляной кислоты остается осадок, спекание и растворение повторяют. Полученный раствор разбавляют водой до объема 50 см^3, нагревают до кипения и осаждают сульфат бария горячим раствором серной кислоты в соотношении 1:9 порциями при постоянном перемешивании. Через 2—3 ч проверяют полноту осаждения сульфата бария, добавив несколько капель раствора серной кислоты в соотношении 1:9. Раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Осадок на фильтре промывают четыре-пять раз горячим раствором соляной кислоты в соотношении 1:5, а затем пять-шесть раз горячей водой. Раствор доводят до метки раствором соляной кислоты в соотношении 1:5 и перемешивают.

8.1.2 Раствор с массовой концентрацией серебра 1 мг/см^3

Навеску серебра массой (100,0 ± 0,2) мг растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты в соотношении 1:1 при нагревании, затем прибавляют 50 см^3 соляной кислоты и кипятят до полного растворения осадка хлорида серебра. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты в соотношении 1:1 и перемешивают.

8.1.3 Растворы с массовой концентрацией золота, сурьмы, мышьяка, теллура, олова 2 мг/см^3

Навеску металла массой (200,0 ± 0,2) мг растворяют в смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3:1 при нагревании. Раствор упаривают до объема 2—3 см^3, прибавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты в соотношении 1:5, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

8.1.4 Растворы с массовой концентрацией железа, меди, висмута, никеля 2 мг/см^3

Навеску металла массой (200,0 ± 0,2) мг растворяют в 10 см^3 азотной кислоты в соотношении 1:1 при нагревании. Раствор упаривают до объема 2—3 см^3, прибавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты в соотношении 1:5, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

8.1.5 Раствор с массовой концентрацией свинца 2 мг/см^3

Навеску свинца массой (200,0 ± 0,2) мг растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты в соотношении 1:1 при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

8.1.6 Раствор с массовой концентрацией палладия 2 мг/см^3

Навеску палладия массой (200,0 ± 0,2) мг растворяют в 20 см^3 азотной кислоты при нагревании. Раствор упаривают до объема 2—3 см^3, прибавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты в соотношении 1:5, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

8.1.7 Растворы с массовой концентрацией алюминия, кадмия, хрома, марганца, цинка 2 мг/см^3

Навеску металла массой (200,0 ± 0,2) мг растворяют в 10 см^3 раствора соляной кислоты в соотношении 1:1 при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты в соотношении 1:5 и перемешивают.

8.1.8 Раствор с массовой концентрацией магния 2 мг/см^3

Навеску магния массой (200,0 ± 0,2) мг растворяют в 10 см^3 раствора соляной кислоты в соотношении 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты в соотношении 1:5 и перемешивают.

8.1.9 Раствор с массовой концентрацией кальция 2 мг/см^3

Кальций углекислый высушивают до постоянной массы при температуре (100 ± 5) °С, отбирают навеску массой (0,4994 ± 0,0002) г и растворяют в 10 см^3 раствора соляной кислоты в соотношении 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

8.1.10 Раствор с массовой концентрацией циркония 2 мг/см^3

Навеску хлорокиси циркония массой (0,7060 ± 0,0002) г растворяют в 10 см^3 раствора соляной кислоты в соотношении 1:3. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты в соотношении 1:5 и перемешивают.

8.1.11 Раствор с массовой концентрацией молибдена 2 мг/см^3

Навеску аммония молибденовокислого массой (0,3680 ± 0,0002) г растворяют в 20 см^3 воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

8.1.12 Раствор с массовой концентрацией кремния 1 мг/см^3

Навеску кремния массой (100,0 ± 0,2) мг растворяют в 20 см^3 раствора гидроксида калия концентрацией 500 г/дм^3 в тефлоновом стакане, закрытом крышкой, при интенсивном нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки раствором гидроксида калия концентрацией 5 г/дм^3 и сразу переносят в полиэтиленовую банку.

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

8.2 Приготовление раствора платины с массовой концентрацией 100 мг/см^3

Навеску платины массой 10,00 г помещают в тефлоновый стакан вместимостью 100 или 200 см^3, прибавляют 50 см^3 свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3:1, стакан закрывают тефлоновой крышкой и растворяют платину при нагревании. Через каждые 2—3 ч прибавляют по 10—15 см^3 указанной смеси кислот до полного растворения навески. Раствор упаривают до объема 5—10 см^3, прибавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты 1:5, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки этим же раствором кислоты, перемешивают и переносят в сухую полиэтиленовую или тефлоновую банку.

8.3 Приготовление промежуточных растворов

8.3.1 Приготовление промежуточных растворов, содержащих палладий, родий, иридий, рутений, золото, железо, медь, свинец, никель, олово, цинк, алюминий, магний и сурьму

Раствор А: пипеткой отбирают по 5,00 см^3 основных растворов палладия, родия, иридия, рутения, золота, железа, меди, свинца, никеля, олова, цинка, алюминия, магния и сурьмы и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки раствором соляной кислоты в соотношении 1:5 и перемешивают.

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

Погрешность значения массовой концентрации каждого элемента в растворе составляет ±0,5 мкг/см^3.

Раствор Б: пипеткой отбирают 10,00 см^3 раствора А и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки раствором соляной кислоты в соотношении 1:5 и перемешивают.

Значение массовой концентрации каждого из перечисленных элементов в растворе составляет 10,00 мкг/см^3.

Погрешность значения массовой концентрации каждого элемента в растворе составляет ±0,07 мкг/см^3.

8.3.2 Приготовление промежуточных растворов, содержащих серебро

Раствор А1: пипеткой отбирают 10,00 см^3 основного раствора серебра и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки раствором соляной кислоты в соотношении 1:3 и перемешивают.

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

Погрешность значения массовой концентрации раствора составляет ±0,5 мкг/см^3.

Раствор Б1: пипеткой отбирают 10,00 см^3 раствора А1 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки раствором соляной кислоты в соотношении 1:5 и перемешивают.

Значение массовой концентрации серебра в растворе составляет 10,00 мкг/см^3.

Погрешность значения массовой концентрации раствора составляет ±0,07 мкг/см^3.

8.3.3 Приготовление промежуточных растворов, содержащих кремний

Раствор А2: пипеткой отбирают 10,00 см^3 основного раствора кремния и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки водой, перемешивают и сразу переносят в тефлоновую или полиэтиленовую банку.

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

Погрешность значения массовой концентрации раствора составляет ±0,5 мкг/см^3.

Раствор Б2: пипеткой отбирают 10,00 см^3 раствора А2 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки водой, перемешивают и сразу переносят в тефлоновую или полиэтиленовую банку.

Значение массовой концентрации кремния в растворе составляет 10,00 мкг/см^3.

Погрешность значения массовой концентрации раствора составляет ±0,07 мкг/см^3.

8.3.4 Приготовление промежуточных растворов, содержащих мышьяк, молибден, хром, теллур, кадмий, висмут, марганец, кальций и цирконий

Раствор А3: пипеткой отбирают по 5,00 см^3 основных растворов мышьяка, молибдена, хрома, теллура, кадмия, висмута, марганца, кальция и циркония и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки раствором соляной кислоты в соотношении 1:5 и перемешивают.

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

Погрешность значения массовой концентрации каждого элемента в растворе составляет ±0,5 мкг/см^3.

Раствор Б3: пипеткой отбирают 10,00 см^3 раствора А3 и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки раствором соляной кислоты в соотношении 1:5 и перемешивают.

Значение массовой концентрации каждого из перечисленных элементов в растворе составляет 10,00 мкг/см^3.

Погрешность значения массовой концентрации каждого элемента в растворе составляет ±0,07 мкг/см^3.

8.4 Требования к маркировке и условиям хранения основных и промежуточных растворов

На емкостях с основными и промежуточными растворами должны быть наклеены этикетки с указанием массовой концентрации элементов и даты приготовления.

Основные и промежуточные растворы хранят при комнатной температуре в герметично закрытых емкостях из пластика (полиэтилена, тефлона и др.). Срок хранения основных растворов — один год. Срок хранения промежуточных растворов — не более одного месяца при массовой концентрации элементов 100 мкг/см^3 и не более пяти дней при массовой концентрации элементов 10 мкг/см^3.

8.5 Приготовление градуировочных образцов

Для определения примесей в платине используют градуировочные образцы: растворы с массовой концентрацией определяемых элементов от 0,2 до 20 мкг/см^3 и платины 40 мг/см^3. Градуировочные образцы готовят из промежуточных растворов по 8.5.1 или из стандартных образцов состава платины по 8.5.2.

8.5.1 Приготовление градуировочных образцов из промежуточных растворов

Пипетками отбирают аликвотные части растворов А, А1, А2 и А3 или Б, Б1, Б2 и Б3 согласно таблице 3, помещают их в мерные колбы вместимостью 25 см^3, прибавляют по 10 см^3 раствора массовой концентрацией 100 мг/см^3 платины, доводят до метки раствором соляной кислоты в соотношении 1:5, перемешивают и сразу переливают в герметично закрывающуюся полиэтиленовую, полипропиленовую или тефлоновую емкость.

Готовят также контрольный образец для учета чистоты платины и реактивов, использованных для приготовления образцов для градуировки. Для этого 10 см^3 раствора массовой концентрацией 100 мг/см^3 платины, помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты в соотношении 1:5, перемешивают и сразу переливают в герметично закрывающуюся полиэтиленовую, полипропиленовую или тефлоновую емкость.

Растворы 1—4 (см. таблицу 3) готовят в день использования и хранят не более двух дней, растворы 5—7 (см. таблицу 3) хранят не более пяти дней при комнатной температуре.

Таблица 3 — Градуировочные образцы для определения примесей

Обозначение градуировочного образца	Обозначение промежуточного раствора	Вводимый объем каждого промежуточного раствора, $см^3$	Массовая концентрация элементов, $мкг/см^3$	Границы интервала, в котором с вероятностью $P = 0,95$ находится абсолютная погрешность $\pm \Delta$, $мкг/см^3$
Контрольный	—	—	0	—
1	Б, Б1, Б2, Б3	0,500	0,200	0,003
2	Б, Б1, Б2, Б3	1,25	0,500	0,004
3	Б, Б1, Б2, Б3	2,50	1,00	0,01
4	Б, Б1, Б2, Б3	5,00	2,00	0,02
5	А, А1, А2, А3	1,25	5,00	0,04
6	А, А1, А2, А3	2,50	10,00	0,07
7	А, А1, А2, А3	5,00	20,00	0,14

8.5.2 Приготовление градуировочных образцов из стандартных образцов состава платины

Выбирают два или более стандартных образца состава платины таким образом, чтобы содержание каждого определяемого элемента-примеси в анализируемом образце находилось внутри интервала между наименьшим и наибольшим значениями содержаний этого элемента в стандартных образцах.

От каждого стандартного образца отбирают навеску массой 1,0000 г, фиксируя результат измерения до четвертого десятичного знака. Образцы переводят в раствор по 9.1.2—9.1.4. Полученные растворы хранят не более пяти дней при комнатной температуре.

Примечание — Допускается для градуировки использовать стандартные образцы состава платины с содержанием определяемого компонента менее или более, чем в пробе, при условии, что зависимость интенсивности от концентрации определяемого компонента для стандартных образцов и проб линейная.

9 Проведение анализа

9.1 Отбор и подготовка проб

9.1.1 Отбор лабораторной пробы для анализа от слитка или порошка платины проводят в соответствии с процедурой, описанной ГОСТ 31290. Лабораторную пробу платины в виде порошка или губки сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 5) °С до постоянной массы.

9.1.2 От лабораторной пробы платины отбирают по две навески массой 1,0000 г, фиксируя ее до четвертого знака после запятой. При анализе платины в виде порошка или губки переходят к процедуре по 9.1.3. При анализе стружки платины навеску предварительно очищают от поверхностных загрязнений. Для этого навеску помещают в тефлоновый стакан вместимостью 50 или 100 $см^3$, прибавляют 20 $см^3$ соляной кислоты в соотношении 1:1 и кипятят в течение 3—5 минут. Раствор сливают, промывают навеску шесть-семь раз водой декантацией.

9.1.3 В стакан с навеской добавляют 20 $см^3$ свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3:1, закрывают тефлоновой крышкой и растворяют в течение 4—5 ч при нагревании, прибавляя через каждые 30 мин 5 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот в соотношении 3:1. После полного растворения навески стакан снимают с плиты, охлаждают, открывают крышку и осторожно обмывают внутреннюю поверхность крышки водой в стакан с пробой. Раствор упаривают до объема 3—5 $см^3$ и прибавляют 10 $см^3$ раствора соляной кислоты в соотношении 1:5.

9.1.4 Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, доводят до метки тем же раствором кислоты, перемешивают и сразу переносят в герметично закрывающуюся полиэтиленовую, полипропиленовую или тефлоновую емкость. Полученный раствор поступает на измерение.

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

Если градуировочные образцы приготовлены из стандартных образцов состава платины, контрольный опыт на чистоту используемых реактивов не проводят, при условии что для растворения навесок стандартных образцов и анализируемых проб используют одни и те же растворы кислот.

9.2 Проведение измерений

9.2.1 Спектрометр готовят к работе согласно инструкции по эксплуатации прибора. Вводят в программу измерений длины волн аналитических линий и коррекции фона. Измерения начинают не менее чем через 30 мин после поджига плазмы для стабилизации условий измерения. Время прединтегрирования — 30 с, время интегрирования — не менее 5 с.

Длины волн аналитических линий, рекомендуемые для выполнения анализа, приведены в таблице 4.

Таблица 4 — Длины волн аналитических линий

В нанометрах

Определяемый элемент	Длина волны	Определяемый элемент	Длина волны
Алюминий	396,152	Никель	231,604
Висмут	306,772	Олово	283,999
Железо	259,940	Палладий	340,458
Золото	267,595	Родий	343,489
Иридий	224,268	Рутений	349,894
Кадмий	226,502	Свинец	283,306
Кальций	393,367	Серебро	328,068
Кремний	251,611	Сурьма	217,581
Магний	279,553	Теллур	214,281
Марганец	257,610	Хром	357,869
Медь	324,754	Цинк	213,856
Молибден	281,615	Цирконий	339,198
Мышьяк	234,984		

Допускается использование других аналитических линий и условий измерения при условии получения показателей точности, не уступающих приведенным в таблице 2.

9.2.2 Для построения градуировочных зависимостей используют градуировочные образцы, приготовленные по 8.5.1 или 8.5.2.

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

9.2.3 Если для получения градуировочных зависимостей используют градуировочные образцы, приготовленные по 8.5.1, вводят поправку на чистоту платины и реактивов, использованных для приготовления образцов для градуировки. Для этого из среднего значения интенсивности аналитической линии каждого элемента образца для градуировки вычитают среднее значение интенсивности аналитической линии того же элемента контрольных растворов. Допускается использовать другие способы учета чистоты используемых реактивов при условии получения показателей точности, не уступающих приведенным в таблице 2.

9.2.4 Градуировочные зависимости получают в координатах: среднее значение интенсивности (с поправкой контрольного раствора) – массовая концентрация определяемого элемента в градуировочном образце, мкг/см^3 (или массовая доля определяемого элемента в стандартном образце состава платины, %).

9.2.5 Вводят последовательно в плазму растворы контрольного опыта и анализируемых проб. Измеряют интенсивности аналитических линий определяемых элементов (за вычетом фона). Для каждого раствора выполняют три измерения и вычисляют среднее значение. С помощью градуировочной зависимости находят значение массовой концентрации элемента в растворе анализируемой пробы и контрольного опыта в мкг/см^3 (если образцы для градуировки готовили по 8.5.1) или сразу массовую долю элемента-примеси в анализируемой пробе, % (если образцы для градуировки готовили по 8.5.2).

Допускается использование метода постоянного градуировочного графика при условии получения показателей точности, не уступающих приведенным в таблице 2.

10 Расчет и оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа

10.1 Массовую долю определяемого элемента X, %, вычисляют следующим образом.

Если растворы для градуировки были приготовлены из стандартных образцов состава платины по 8.5.2, массовую долю определяемого элемента получают непосредственно из градуировочной зависимости.

Если растворы для градуировки были приготовлены из растворов по 8.5.1, массовую долю определяемого элемента X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C - C_{к.о})V}{M} 10^{-4}, \quad (2)$$

где C — значение массовой концентрации определяемого элемента в анализируемом растворе, мкг/см^3;

$C_{к.о.}$ — среднее арифметическое значение результатов параллельных определений массовой концентрации элемента в растворах контрольного опыта, мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

M — масса навески пробы, г.

10.2 Приемлемость результатов параллельных определений оценивают в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 путем сопоставления абсолютного расхождения результатов двух параллельных определений r_k с пределом повторяемости r, приведенным в таблице 2.

Если r_k не превышает r, результаты двух параллельных определений признают приемлемыми и за окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение этих результатов.

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

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

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

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

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

В случае, когда диапазон четырех результатов параллельных определений превышает $CR_{0,95}(4)$, то за окончательный результат анализа принимают медиану четырех результатов параллельных определений, если нормативными документами организации не предусмотрено иначе.

11 Оформление результатов измерений

Результат анализа (измерений) представляют в виде:

$$X \pm \Delta, \ P = 0,95,$$

где X — массовая доля определяемого элемента, %;

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

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

12 Контроль точности результатов анализа

12.1 Контроль промежуточной прецизионности и воспроизводимости

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

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

12.2 Контроль правильности

Контроль правильности проводят путем анализа образцов для контроля (ОК): стандартных образцов состава платины, либо контрольных проб, либо образцов для градуировки, приготовленных по 8.5. Образцы, используемые для контроля правильности, не следует использовать для получения градуировочных зависимостей.

При контроле правильности абсолютное значение разности между результатом анализа и опорным (аттестованным) значением массовой доли элемента-примеси в ОК не должно превышать критического значения K.

Критическое значение K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{ОК}^2 + \Delta^2}, \quad (4)$$

где $\Delta_{ОК}$ — погрешность установления опорного (аттестованного) значения массовой доли элемента-примеси в ОК, %;

Δ — значение границ интервала абсолютной погрешности, соответствующее опорному значению массовой доли элемента-примеси в ОК, %.

Значения Δ приведены в таблице 2.

Библиография

[1] ТУ 6-09-03-462—78 Бария перекись особой чистоты
[2] ОСТ 6-12-112—73 Мышьяк металлический особой чистоты. Технические условия
[3] ТУ 6-09-1678—95 Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты). Технические условия
[4] ТУ 6-09-3677—74 Цирконий (IV) хлорокись

УДК 669.231:543.06.006.354 МКС 77.120.99

Ключевые слова: платина, платина в слитках, платина в порошке, примеси, методы анализа, атомно-эмиссионный метод анализа, индуктивно связанная плазма, стандартные образцы состава, правильность метода анализа, прецизионность метода анализа, абсолютная погрешность, предел повторяемости, предел промежуточной прецизионности, предел воспроизводимости, контроль точности результатов анализа

Редактор *А.А. Лиске*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 01.07.2016. Подписано в печать 18.07.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,70. Тираж 28 экз. Зак. 1657.
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