МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 27981.5— 2015

МЕДЬ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Фотометрические методы анализа

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 Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 августа 2015 г. № 79-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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 февраля 2016 г. № 52-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 27981.5–2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 27981.5—88

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.e-ecolog.ru

© 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 Общие положения 3
4 Фотометрический метод измерений массовой доли висмута 3
5 Фотометрический метод измерений массовой доли марганца 5
6 Фотометрический метод измерений массовой доли кобальта 7
7 Фотометрический метод измерений массовой доли мышьяка 10
8 Фотометрический метод измерений массовой доли кремния 13
9 Экстракционно-фотометрический метод измерений массовой доли никеля 15
10 Спектрофотометрический метод измерений массовой доли селена 18
11 Экстракционно-фотометрический метод измерений массовой доли сурьмы 21
12 Экстракционно-фотометрический метод измерений массовой доли фосфора 24
Библиография 27

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

МЕДЬ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Фотометрические методы анализа

Copper of high purity.
Photometric methods of analysis

Дата введения — 2016—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения компонентов в меди высокой чистоты, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 В процентах

Наименование определяемого компонента	Диапазон массовой доли компонента	Наименование определяемого компонента	Диапазон массовой доли компонента
Висмут	От 0,00020 до 0,0050 включ.	Никель	От 0,00010 до 0,0050 включ.
Марганец	От 0,0002 до 0,0050 включ.	Селен	От 0,00010 до 0,0100 включ.
Кобальт	От 0,00002 до 0,0010 включ.	Сурьма	От 0,0003 до 0,010 включ.
Мышьяк	От 0,00010 до 0,006 включ.	Фосфор	От 0,00010 до 0,006 включ.
Кремний	От 0,0005 до 0,0050 включ.		

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 84—76 Реактивы. Натрий углекислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 123—2008 Кобальт. 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 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 1973—77 Ангидрид мышьяковистый. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3652—69 Реактивы. Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4197—74 Реактивы. Натрий азотистокислый. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4465—74 Реактивы. Никель (II) сернокислый 7-водный. Технические условия
ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия
ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике[1)]
ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия
ГОСТ 5817—77 Реактивы. Кислота винная. Технические условия
ГОСТ 5828—77 Реактивы. Диметилглиоксим. Технические условия
ГОСТ 5841—74 Реактивы. Гидразин сернокислый
ГОСТ 5845—79 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия
ГОСТ 5848—73 Реактивы. Кислота муравьиная. Технические условия
ГОСТ 5955—75 Реактивы. Бензол. Технические условия
ГОСТ 6006—78 Реактивы. Бутанол-1. Технические условия
ГОСТ 6008—90 Марганец металлический и марганец азотированный. Технические условия
ГОСТ 6259—75 Реактивы. Глицерин. Технические условия.
ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия
ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия
ГОСТ 6691—77 Реактивы. Карбамид. Технические условия
ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 9428—73 Реактивы. Кремний (IV) оксид. Технические условия
ГОСТ 9849—86 Порошок железный. Технические условия
ГОСТ 10298—79 Селен технический. Технические условия
ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б). Технические условия
ГОСТ 10928—90 Висмут. Технические условия
ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 11069—2001 Алюминий первичный. Марки
ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 11773—76 Реактивы. Натрии фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия
ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 18300–87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия[2)]
ГОСТ 19807–91 Титан и сплавы титановые деформируемые. Марки
ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия
ГОСТ 20288—74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия
ГОСТ 20478—75 Реактивы. Аммоний надсернокислый. Технические условия
ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия
ГОСТ 22280—76 Реактивы. Натрий лимоннокислый 5,5-водный. Технические условия
ГОСТ 22867—77 Реактивы. Аммоний азотнокислый. Технические условия
ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования[3)]
ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 29169—91 (ИСО 648–77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

[1)] 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».

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

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

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

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31382—2009 Медь. Методы анализа

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие положения

3.1 Общие требования к методам измерений — по ГОСТ 31382.

4 Фотометрический метод измерений массовой доли висмута

4.1 Характеристики показателей точности измерений

Показатели точности измерений массовой доли висмута соответствуют характеристикам, приведенным в таблице 2 (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, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли висмута при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли висмута	Показатель точности ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,00020 до 0,00050 включ.	0,00006	0,00007	0,00009
Св. 0,0005 » 0,0010 »	0,0001	0,0001	0,0002
» 0,0010 » 0,0020 »	0,0004	0,0003	0,0005
» 0,0020 » 0,0050 »	0,0005	0,0005	0,0007

4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 450 нм;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С, или аналогичную;
- стекло часовое;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- колбы мерные 2-25-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы Н-1-100 ТХС, Н-1-400 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы конические Кн-2-250 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронки конические В-36-80 ХС по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461 или кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1;

- кислоту винную по ГОСТ 5817, раствор массовой концентрации 250 г/дм^3;
- кислоту аскорбиновую по [2], свежеприготовленный раствор массовой концентрации 50 г/дм^3;
- аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:99;
- порошок железный по ГОСТ 9849, раствор массовой концентрации 10 г/дм^3;
- калий йодистый по ГОСТ 4232, свежеприготовленный раствор массовой концентрации 200 г/дм^3;
- висмут по ГОСТ 10928;
- 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.

4.3 Метод измерений

Метод основан на измерении оптической плотности при длине волны от 420 до 450 нм окрашенного йодного комплекса висмута, образованного в солянокислом растворе в присутствии винной кислоты и восстановителя.

Висмут дополнительно выделяют на гидроксиде железа.

4.4 Подготовка к выполнению измерений

4.4.1 Приготовление растворов для построения градуировочного графика

При приготовлении раствора А массовой концентрации висмута 0,1 мг/см^3 навеску висмута массой 0,1000 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают от 5 до 10 см^3 азотной кислоты, нагревают до удаления оксидов азота. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 65 см^3 азотной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации висмута 0,01 мг/см^3 аликвоту 25 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, приливают 5 см^3 азотной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор пригоден для применения в течение 5 ч.

4.4.2 Приготовление раствора железа массовой концентрации 10 г/дм^3

Навеску железа массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают от 10 до 15 см^3 соляной кислоты и растворяют при нагревании. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

4.4.3 Построение градуировочного графика

В шесть конических колб вместимостью 250 см^3 каждая помещают 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0,0; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг висмута, приливают 5 см^3 азотной кислоты, 20 см^3 соляной кислоты. Растворы нагревают и выпаривают до объема от 3 до 5 см^3. Приливают 5 см^3 раствора железа, от 100 до 120 см^3 воды, нагревают до температуры от 60 °С до 70 °С и приливают аммиак до перехода меди в аммиачный комплекс и после этого еще 5 см^3. Продолжают нагревание в течение 5—7 мин и оставляют раствор до коагуляции осадка в теплом месте плиты.

Осадок гидроксидов фильтруют на неплотный фильтр и промывают его от 3 до 5 раз горячим аммиаком, разбавленным 1:99. Осадок с фильтра смывают в колбу, в которой проводили осаждение, и приливают от 15 до 20 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1. Полученный раствор разбавляют водой до объема от 80 до 100 см^3 и вновь осаждают гидроксиды аммиаком. Осадок фильтруют на тот же фильтр и промывают от 3 до 4 раз горячим аммиаком, разбавленным 1:99. Воронку с фильтром помещают над колбой, в которой проводили осаждение, к осадку приливают от 10 до 15 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, промывают фильтр 2 — 3 раза горячей водой. Фильтр отбрасывают. Фильтрат упаривают до объема 10 см^3, после охлаждения его помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3, приливают 4 см^3 раствора винной кислоты, 5 см^3 раствора йодистого калия, от 1,0 до 1,5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты и доливают водой до метки.

Через 10—15 мин измеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре или фотоколориметре при длине волны от 420 до 450 нм в кювете с оптимальной толщиной слоя. Раствором сравнения служит вода.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям висмута строят градуировочной график.

4.5 Выполнение измерений

Навеску меди массой 2,0000 г помещают в стакан вместимостью 400 см^3, приливают от 25 до 30 см^3 азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и выдерживают без нагревания до прекращения бурной реакции выделения оксидов азота.

Стекло снимают, обмывают водой над стаканом, приливают от 20 до 25 см^3 соляной кислоты и выпаривают раствор при нагревании до объема от 3 до 5 см^3.

Затем приливают в стакан от 80 до 100 см^3 воды и 5 см^3 раствора железа. Нагревают и далее продолжают измерение, как указано в 4.4.3.

Выполнение измерений осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрофотометра или фотоколориметра, массу висмута устанавливают по градуировочному графику.

4.6 Обработка результатов измерений

4.6.1 Массовую долю висмута X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)100}{m\,10^6}, \qquad (1)$$

где m_1 — масса висмута, найденная по градуировочному графику, мкг;

m_2 — масса висмута, полученная в результате холостого опыта, мкг;

m — масса навески меди, г.

4.6.2 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 2.

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

4.6.3 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 ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

5 Фотометрический метод измерений массовой доли марганца

5.1 Характеристики показателей точности измерений

Показатели точности измерений массовой доли марганца соответствуют характеристикам, приведенным в таблице 3 (при P = 0,95).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 3.

Таблица 3 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли марганца при доверительной вероятности P = 0,95

В процентах

Диапазон измерений массовой доли марганца	Показатель точности ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
От 0,0002 до 0,0005 включ.	0,0001	0,0001	0,0002
Св. 0,0005 » 0,0010 »	0,0002	0,0002	0,0003
» 0,0010 » 0,0020 »	0,0005	0,0005	0,0007
» 0,0020 » 0,0050 »	0,0006	0,0007	0,0009

5.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны от 520 до 540 нм;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С, или аналогичную;
- баню водяную;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- стаканы Н-1-100 ТХС, Н-1-250 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы конические Кн-1-250-14/23 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461 или кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125 и разбавленную 1:1, 1:3;
- калий йоднокислый по [4], раствор массовой концентрации 50 г/дм^3;
- марганец металлический по ГОСТ 6008.

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.

5.3 Метод измерений

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного комплексного соединения семивалентного марганца при длине волны от 520 до 540 нм.

5.4 Подготовка к выполнению измерений

5.4.1 Приготовление растворов для построения градуировочного графика

При приготовлении раствора А массовой концентрации марганца 0,1 мг/см^3 навеску марганца массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают от 10 до 15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до удаления оксидов азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации марганца 0,01 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 1 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доливают водой до метки.

При приготовлении раствора В массовой концентрации 0,005 мг/см^3 аликвоту 50 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 0,5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и доливают водой до метки.

5.4.2 Приготовление раствора йоднокислого калия массовой концентрации 50 г/дм^3

Навеску йоднокислого калия массой 50 г растворяют в растворе азотной кислоты, разбавленной 1:3, и доливают этим же раствором до 100 см^3.

5.4.3 Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью 250 см^3 каждый помещают 0,0; 1,0; 2,0 и 5,0 см^3 раствора В и 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,0; 0,005; 0,010; 0,025; 0,100; 0,200; 0,300; 0,400; 0,500 мг марганца. Во все стаканы приливают воды до объема 20 см^3, затем кипятят в течение 5 мин.

В кипящий раствор приливают 5 см^3 раствора йоднокислого калия и продолжают кипячение еще в течение 5 мин. Затем стакан помещают на кипящую водяную баню и выдерживают 20 мин.

После охлаждения переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают водой до метки (основной раствор) и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют на спектрофотометре при длине волны 530 нм или фотоколориметре со светофильтром, имеющим длину волны, соответствующую максимуму светопропускания от 520 до 540 нм в кювете с толщиной слоя 20 или 30 мм.

Раствором сравнения служит часть основного раствора пробы, в которой марганец (VII) восстанавливают до марганца (II) прибавлением от 1 до 2 капель раствора азотистокислого натрия.

По полученным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им концентрациям марганца строят градуировочный график в прямоугольных координатах.

5.5 Выполнение измерений

Навеску меди массой 2,0000 г (при массовой доле марганца от 0,0002 % до 0,001 %) или 1,0000 г (при массовой доле марганца от 0,001 % до 0,005 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают от 20 до 25 $см^3$ азотной кислоты и кипятят до прекращения бурной реакции выделения оксидов азота и растворения навески. Раствор выпаривают до половины и далее продолжают, как указано в 5.4.3.

Выполнение измерений осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрофотометра или фотоколориметра, массу марганца в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

5.6 Обработка результатов измерений

5.6.1 Массовую долю марганца X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)100}{m1000}, \quad (2)$$

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

m_2 — масса марганца, полученная в результате холостого опыта, мг;

m — масса навески меди, г.

5.6.2 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 3.

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

5.6.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 3. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

6 Фотометрический метод измерений массовой доли кобальта

6.1 Характеристики показателей точности измерений

Показатели точности измерений массовой доли кобальта соответствуют характеристикам, приведенным в таблице 4 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 4.

Таблица 4 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли кобальта при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли кобальта	Показатель точности ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,00002 до 0,00005 включ.	0,00001	0,00002	0,00002
Св. 0,00005 » 0,00010 »	0,00003	0,00003	0,00004
» 0,00010 » 0,00050 »	0,00007	0,00007	0,00010
» 0,0005 » 0,0010 »	0,0002	0,0002	0,0003

6.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 410 нм;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С, или аналогичную;
- стекло часовое;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- колбы конические Кн-2-250-18 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы мерные 2-100-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы Н-1-50 ТХС, Н-1-100 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронки делительные ВД-1-250 (100) ХС по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461 (прокипяченную до удаления оксидов азота), разбавленную 1:1;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 и раствор молярной концентрации 4 моль/дм^3;
- кислоту лимонную по ГОСТ 3652, раствор массовой концентрации 250 г/дм^3;
- калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор массовой концентрации 50 г/дм^3;
- кислоту уксусную по ГОСТ 61;
- алюминий по ГОСТ 11069;
- толуол по ГОСТ 5789;
- 1-нитрозо-2-нафтол по [5], раствор массовой концентрации 0,5 г/дм^3;
- водорода пероксид по ГОСТ 10929 (стабилизированный продукт);
- кобальт по ГОСТ 123;
- медь по ГОСТ 859, не содержащую кобальт.

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.

6.3 Метод измерений

Метод основан на измерении оптической плотности при длине волны 410 нм окрашенного соединения кобальта с 1-нитрозо-2-нафтолом после экстракции его толуолом и предварительного отделения меди на металлическом алюминии.

6.4 Подготовка к выполнению измерений

6.4.1 Приготовление растворов для построения градуировочного графика

При приготовлении раствора А массовой концентрации кобальта 1,0 мг/см^3 навеску металлического кобальта массой 0,1000 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают 20 см^3 смеси азотной и соляной кислот (в соотношении 1:3), нагревают до удаления оксидов азота. Раствор выпаривают до влажных солей. Приливают 10 см^3 соляной кислоты и выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой повторяют еще 2 раза.

К сухому остатку приливают от 30 до 50 см^3 горячей воды, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации кобальта 0,01 мг/см^3 аликвоту 5 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора В массовой концентрации кобальта 0,001 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора Б помещаю в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор применяют свежеприготовленным.

При приготовлении раствора Г массовой концентрации кобальта 0,0001 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора В помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор применяют свежеприготовленным.

6.4.2 Построение градуировочного графика

6.4.2.1 Построение градуировочного графика при массовой доле кобальта от 0,00002 % до 0,0001 %.

К двум навескам меди массой по 1,0000 г (для каждой из точек градуировочного графика) прибавляют 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 10,0 $см^3$ раствора Г, что соответствует 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 и 0,0010 мг кобальта и далее продолжают измерения, как указано в 6.5.1.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им концентрациям кобальта строят градуировочный график.

6.4.2.2 Построение градуировочного графика при массовой доле кобальта от 0,0001 % до 0,0005 %.

К двум навескам меди массой по 1,0000 г (для каждой из точек градуировочного графика) приливают 1,0 и 5,0 $см^3$ раствора В и 1,0; 2,5; 5,0 $см^3$ раствора Б, что соответствует 0,001; 0,005; 0,010; 0,025 и 0,050 мг кобальта и далее продолжают измерения, как указано в 6.5.1.

6.4.2.3 Приготовление раствора 1-нитрозо-2-нафтол массовой концентрации 0,5 $г/дм^3$

Навеску реагента массой 0,25 г растворяют в 50 $см^3$ раствора гидроокиси калия массовой концентрации 50 $г/дм^3$, помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, приливают 100 $см^3$ уксусной кислоты, разбавляют водой до метки и перемешивают.

6.5 Выполнение измерений

6.5.1 Навеску меди массой 1,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, приливают 15 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до растворения навески и удаления оксидов азота. Раствор выпаривают на плите с асбестом до объема 2 $см^3$ и затем трижды обрабатывают соляной кислотой порциями по 10 $см^3$ для полного удаления оксидов азота, выпаривая дважды до влажных солей, а последний раз — досуха. К сухому остатку приливают 100 $см^3$ воды и нагревают до растворения солей.

В раствор вводят от 7 до 8 гранул металлического алюминия, общая масса которых составляет от 3,5 до 4,0 г, и нагревают при температуре от 80 °С до 90 °С в течение от 2 до 3 ч до полного выделения меди (раствор должен быть прозрачным без голубого оттенка).

После цементации меди раствор декантацией переносят в стакан вместимостью 100 $см^3$, осторожно обмывают стенки колбы и выделившуюся медь водой, присоединяя промывные воды к основному раствору так, чтобы медь не попала в раствор, и упаривают на асбесте до объема от 20 до 30 $см^3$.

После охлаждения к раствору приливают при перемешивании смесь 5 $см^3$ раствора лимонной кислоты и 10 $см^3$ раствора 1-нитрозо-2-нафтола (смесь готовят перед прибавлением для каждой пробы). Раствор нейтрализуют таблетированной гидроокисью калия до pH от 4,0 до 4,5, нагревают до кипения и прибавляют 0,3 $см^3$ пероксида водорода. Стакан накрывают часовым стеклом, раствор кипятят в течение 10 мин и затем охлаждают до комнатной температуры.

Раствор переливают в делительную воронку вместимостью 100 $см^3$, приливают 10 $см^3$ толуола и экстрагируют в течение 2 мин. Экстракт промывают 10 $см^3$ соляной кислоты молярной концентрации 4 $моль/дм^3$ в течение 1 мин, затем 10 $см^3$ раствора гидроокиси калия массовой концентрации 50 $г/дм^3$ в течение 1 мин. Экстракт сливают в сухой стакан и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре или фотоколориметре при длине волны 410 нм в кювете с толщиной слоя 20 мм. Раствором сравнения служит толуол.

Выполнение измерений осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрофотометра или фотоколориметра, массу кобальта в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

6.5.2 Проведение холостого опыта

Медь, выделившуюся на алюминии, свободную от кобальта, растворяют в азотной кислоте, разбавленной 1:1. Раствор выпаривают до объема от 2 до 3 $см^3$ и далее продолжают, как указано в 6.5.1.

6.6 Обработка результатов измерений

6.6.1 Массовую долю кобальта X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)100}{m\,10^6}, \qquad (3)$$

где m_1 — масса кобальта в растворе анализируемой пробы, мкг;

m_2 — масса висмута, полученная в результате холостого опыта, мкг;

m — масса навески меди, г.

6.6.2 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 4.

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

6.6.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 4. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

7 Фотометрический метод измерений массовой доли мышьяка

7.1 Характеристики показателей точности измерений

Показатели точности измерений массовой доли мышьяка соответствуют характеристикам, приведенным в таблице 5 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 5.

Таблица 5 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли мышьяка при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли мышьяка	Показатель точности ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,00010 до 0,00030 включ.	0,00006	0,00006	0,00008
Св. 0,00030 » 0,00060 »	0,00014	0,00012	0,00020
» 0,0006 » 0,0012 »	0,0004	0,0004	0,0005
» 0,0012 » 0,0030 »	0,0006	0,0005	0,0008
» 0,003 » 0,006 »	0,001	0,001	0,002

7.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 610 нм;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С, или аналогичную;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- стаканы Н-1-250 ТХС, Н-1-400 ТХС, В-1-250 ТХС, В-1-400 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронки делительные ВД-1-250 ХС, ВД-1-1000 ХС по ГОСТ 25336;
- колбы конические Кн-2-500-24/29 ТХС; Кн-2-750-24/29 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-200-2 по ГОСТ 1770;
- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- колбу Кьельдаля по ГОСТ 25336;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- баню водяную;
- воронки Бюхнера по ГОСТ 9147.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125 или ГОСТ 4461, перегнанную, разбавленную 1:1;

- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:3 и 1:10, растворы молярной концентрации 0,5 и 3 моль/дм^3;
- кислоту соляную особой чистоты по ГОСТ 14261, плотностью 1,19 г/см^3, разбавленную 1:1, раствор молярной концентрации 9 моль/дм^3;
- калий йодистый по ГОСТ 4232;
- углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288, перегнанный;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;
- аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор 10 г/дм^3 в растворе серной кислоты 3 моль/дм^3;
- гидразин сернокислый по ГОСТ 5841, раствор массовой концентрации 5 г/дм^3;
- квасцы железоаммонийные по [6], раствор массовой концентрации 100 г/дм^3;
- натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84, насыщенный раствор;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации 1 моль/дм^3;
- калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор молярной концентрации 0,06 моль/дм^3;
- аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор массовой концентрации 20 г/дм^3;
- титан треххлористый по [7], раствор массовой концентрации 400 г/дм^3;
- титан по ГОСТ 19807;
- ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973;
- 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.

7.3 Метод измерений

Метод основан на фотометрировании окрашенного мышьяково-молибденового комплекса. Мышьяк предварительно выделяют аммиаком осаждением его совместно с гидроксидом железа и последующей экстракцией мышьяка четыреххлористым углеродом.

7.4 Подготовка к выполнению измерений

7.4.1 Приготовление растворов для построения градуировочного графика

При приготовлении раствора А массовой концентрации мышьяка 0,1 мг/см^3 навеску мышьяковистого ангидрида массой 0,0266 г помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, приливают 2 см^3 раствора гидроокиси натрия и 50 см^3 воды, перемешивают до растворения навески. После этого добавляют 3 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации мышьяка 0,01 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

7.4.2 Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью 50 см^3 каждая помещают 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; и 3,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0,00; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,025 и 0,030 мг мышьяка. В каждую колбу приливают по 40 см^3 воды и продолжают, как указано в 7.5. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий мышьяк.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим массовым долям мышьяка строят градуировочный график в прямоугольных координатах.

7.4.3 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 9 моль/дм^3

При приготовлении раствора соляной кислоты молярной концентрации 9 моль/дм^3 кислоту очищают от мышьяка: 10 г йодистого калия растворяют в 500 см^3 соляной кислоты, переносят раствор в делительную воронку вместимостью 1000 см^3, приливают 25 см^3 четыреххлористого углерода, встряхивают в течение 2 мин. Органический слой после отстаивания отбрасывают. Затем к раствору в делительной воронке приливают 25 см^3 четыреххлористого углерода и встряхивают 2 мин. Органический слой отбрасывают. Очистку кислоты проводят перед применением.

7.4.4 Приготовление раствора молибденовокислого аммония массовой концентрации 10 г/дм^3

При приготовлении раствора молибденовокислого аммония массовой концентрации 10 г/дм^3 реактив перед применением дважды перекристаллизовывают из спиртового раствора: навеску соли массой 70 г помещают в коническую колбу вместимостью 750 см^3, приливают 400 см^3 горячей воды и дважды фильтруют через плотный фильтр. К фильтрату приливают 250 см^3 этилового спирта и выдерживают в течение 1 ч при комнатной температуре, после чего кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера. Полученный молибденовокислый аммоний растворяют и снова перекристаллизовывают. Кристаллы вновь отсасывают на воронке Бюхнера, промывают 2 – 3 раза этиловым спиртом порциями от 20 до 30 см^3, после чего кристаллы высушивают на воздухе.

7.4.5 При приготовлении раствора молибдатного гидразина 50 см^3 раствора молибденовокислого аммония помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 5 см^3 раствора гидразина, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

7.4.6 При приготовлении раствора железоаммонийных квасцов навеску соли массой 10 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 5 см^3 азотной кислоты и 70 см^3 воды. Раствор нагревают до растворения навески, охлаждают и фильтруют через фильтр средней плотности. Фильтр отбрасывают, а фильтрат разбавляют водой до объема 100 см^3.

7.4.7 При приготовлении раствора сернокислого титана 2,0 г титана помещают в колбу Кьельдаля вместимостью 100 см^3 с обратным холодильником, приливают 40 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:3. После растворения приливают серную кислоту, разбавленную 1:10, до объема 100 см^3. Раствор хранят в атмосфере углекислого газа.

7.5 Выполнение измерений

Навеску меди массой, указанной в таблице 6, помещают в стакан вместимостью 400 см^3 или коническую колбу вместимостью 500 см^3, приливают азотную кислоту, разбавленную 1:1, в количестве, указанном в таблице 6. Нагревают до растворения навески и удаления оксидов азота.

Таблица 6

Массовая доля мышьяка, %	Масса навески, г	Объем азотной кислоты, см^3
От 0,0001 до 0,0003 включ.	5,00	50
Св. 0,0003 » 0,0005 »	2,00	30
» 0,0005 » 0,001 »	1,00	20
» 0,001 » 0,006 »	0,50	15

К полученному раствору приливают 100 см^3 воды, 1 см^3 раствора железоаммонийных квасцов, нагревают до температуры от 60 °С до 70 °С и осаждают мышьяк и гидроксид железа раствором углекислого натрия. Раствор с осадком доводят до кипения и оставляют при температуре от 40 °С до 50 °С на 20 мин до коагуляции осадка.

Осадок фильтруют на фильтр средней плотности и промывают 3 – 4 раза раствором хлористого аммония. Затем осадок растворяют на фильтре в 25 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, промывают фильтр 2 – 3 раза горячей водой. К фильтрату приливают 100 см^3 воды, нагревают до температуры от 60 °С до 70 °С и вновь осаждают мышьяк и гидроксид железа. Осадок фильтруют через тот же фильтр и промывают 3 – 4 раза горячей водой.

Растворяют осадок на фильтре в 25 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, собирая фильтрат в стакан, в котором велось осаждение. Фильтр промывают 3 – 4 раза горячей водой и отбрасывают.

В фильтрате восстанавливают железо и мышьяк, прибавляя по каплям раствор сернокислого или хлористого титана до обесцвечивания раствора и затем еще 1–2 капли.

Раствор помещают в делительную воронку вместимостью 250 см^3, приливают трехкратный объем очищенной соляной кислоты, добавляют 30 см^3 четыреххлористого углерода и экстрагируют в течение 2 мин. После отстаивания органический слой сливают в другую делительную воронку, а в первую добавляют еще 15 см^3 четыреххлористого углерода и повторяют экстракцию.

Объединенные органические экстракты промывают 20 см^3 соляной кислоты молярной концентрации 9 моль/дм^3 в течение 20 с, затем к органическому слою приливают 15 см^3 воды и проводят реэк-

стракцию мышьяка в течение 2 мин. Отделяют органический слой и повторяют реэкстракцию в тех же условиях.

Водные слои сливают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, приливают по каплям раствор марганцовокислого калия до получения устойчивой розовой окраски, которую затем разрушают, приливая по каплям раствор гидразина. В колбу добавляют 4 см^3 свежеприготовленного гидразин-молибденового раствора и помещают колбу в кипящую водяную баню на 15 мин.

Затем раствор охлаждают и доливают водой до метки. Измеряют оптимальную плотность на спектрофотометре или фотоколориметре при длине волны 610 нм в кювете с оптимальной толщиной слоя. В качестве раствора сравнения используют воду.

Выполнение измерений осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрофотометра или фотоколориметра, массу мышьяка в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

7.6 Обработка результатов измерений

7.6.1 Массовую долю мышьяка X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)100}{m1000}, \quad (4)$$

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

m_2 — масса мышьяка, полученная по результатам холостого опыта, мг;

m — масса навески меди, г.

7.6.2 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 5.

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

7.6.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 5. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

8 Фотометрический метод измерений массовой доли кремния

8.1 Характеристики показателей точности измерений

Показатели точности измерений массовой доли кремния соответствуют характеристикам, приведенным в таблице 7 (при P = 0,95).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 7.

Таблица 7 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли кремния при доверительной вероятности P = 0,95

В процентах

Диапазон измерений массовой доли кремния	Показатель точности ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0002	0,0003
Св. 0,0010 » 0,0020 »	0,0006	0,0005	0,0008
» 0,0020 » 0,0050 »	0,0007	0,0008	0,0010

8.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны от 750 до 800 нм;
- установку для электролиза;
- электроды платиновые сетчатые по ГОСТ 6563;
- pH-метр;
- стекло часовое;
- чаши и тигли платиновые по ГОСТ 6563;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- стаканы Н-1-250 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125, разбавленную 2:1, 1:1;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- кислоту лимонную по ГОСТ 3652, раствор массовой концентрации 500 г/дм^3;
- аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, дважды перекристализованный; раствор массовой концентрации 100 г/дм^3, содержащий 25 см^3 аммиака в 500 см^3;
- олово двухлористое по [8], раствор массовой концентрации 10 г/дм^3 в соляной кислоте, разбавленной 1:1;
- натрий углекислый по ГОСТ 84;
- кремния (IV) оксид по ГОСТ 9428, прокаленный при 1000 °С до постоянной массы;
- бумагу индикаторную универсальную по [9].

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.

8.3 Метод измерений

Метод основан на измерении оптической плотности при длине волны от 750 до 800 нм окрашенного синего комплекса кремния с молибденовокислым аммонием.

8.4 Подготовка к выполнению измерений

8.4.1 Приготовление растворов для построения градуировочного графика

При приготовлении раствора А массовой концентрации кремния 0,04 мг/см^3 навеску диоксида кремния массой 0,0856 г помещают в платиновый тигель и сплавляют с 1,0 г углекислого натрия при температуре от 900 °С до 1000 °С. Сплав выщелачивают горячей водой, охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации кремния 0,004 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки. Раствор готовят перед применением, хранят в посуде из полиэтилена.

8.4.2 Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 50 см^3 каждая помещают 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10 см^3 раствора Б, что соответствует 0,0; 0,002; 0,004; 0,008; 0,020 и 0,040 мг кремния. В каждую колбу приливают от 15 до 20 см^3 воды и нейтрализуют аммиаком или азотной кислотой до pH от 1,2 до 1,4 (по индикаторной бумаге или на pH-метре). Затем приливают 2 см^3 раствора лимонной кислоты и дают растворам постоять еще 5 мин. После этого в колбы приливают по 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония, по 0,2 см^3 раствора двухлористого олова, доливают водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре или фотоколориметре при длине волны от 750 до 800 нм в кювете с оптимальной толщиной слоя. Раствором сравнения служит раствор холостого опыта.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им концентрациям кремния строят градуировочный график.

8.5 Выполнение измерений

8.5.1 Навеску меди массой 2,0000 г (при массовой доле кремния до 0,002 %) или 0,5000 г (при массовой доле кремния свыше 0,002 %) помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают стакан стеклом и оставляют без нагревания до прекращения выделения оксидов азота. Стекло снимают, обмывают его водой над стаканом и нагревают раствор до растворения навески. Затем приливают от 150 до 180 см^3 воды, нагревают раствор до температуры 40 °С, погружают в раствор сетчатые платиновые электроды и проводят электролиз в течение 2—2,5 ч при плотности тока от 2 до 3 А/дм^2, напряжении от 2,2 до 2,5 В при перемешивании.

Когда раствор обесцветится, электроды вынимают, промывают водой, а электролит упаривают до объема от 10 до 15 см^3. Охлаждают, добавляют воду до объема 20 см^3 и нейтрализуют аммиаком или азотной кислотой, разбавленной 2:1, до значения pH от 1,2 до 1,4 (по индикаторной бумаге или на pH-метре). Приливают 2 см^3 лимонной кислоты и дают постоять 5 мин. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, приливают 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония, 0,2 см^3 раствора двухлористого олова, доливают водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре или фотоколориметре при длине волны от 750 до 800 нм в кювете с оптимальной толщиной слоя. Раствором сравнения служит раствор холостого опыта.

Выполнение измерений осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрофотометра или фотоколориметра, массу кремния в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

8.6 Обработка результатов измерений

8.6.1 Массовую долю кремния X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 100}{m 1000}, \quad (5)$$

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

m — масса навески меди, г.

8.6.2 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 7.

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

8.6.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 7. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

9 Экстракционно-фотометрический метод измерений массовой доли никеля

9.1 Характеристики показателей точности измерений

Показатели точности измерений массовой доли никеля соответствуют характеристикам, приведенным в таблице 8 (при P = 0,95).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 8.

Таблица 8 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли никеля при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли никеля	Показатель точности ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости $r (n = 2)$	воспроизводимости R
От 0,00010 до 0,00020 включ.	0,00006	0,00007	0,00009
Св. 0,0002 » 0,0005 »	0,0001	0,0001	0,0002
» 0,0005 » 0,0010 »	0,0002	0,0002	0,0003
» 0,0010 » 0,0020 »	0,0004	0,0004	0,0006
» 0,0020 » 0,0050 »	0,0007	0,0008	0,0010

9.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны от 520 до 540 нм;
- установку для электролиза;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С или аналогичную;
- электроды платиновые сетчатые по ГОСТ 6563;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1-100 ТХС, В-1-400 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы конические Кн-2-1000-29/32 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронки делительные ВД-1-50 ХС, ВД-1-100 ХС по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 и раствор массовой концентрации 0,5 моль/дм^3;
- аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 2:98;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации 40 моль/дм^3;
- диметилглиоксим по ГОСТ 5828, раствор массовой концентрации 10 г/дм^3 в этиловом спирте и такой же в растворе гидроокиси натрия;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;
- аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор массовой концентрации 100 г/дм^3;
- хлороформ по ГОСТ 20015;
- гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор массовой концентрации 100 г/дм^3;
- натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280, раствор массовой концентрации 100 г/дм^3;
- триэтаноламин по [10], раствор массовой концентрации 100 г/дм^3;
- калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845, раствор массовой концентрации 100 г/дм^3;
- аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор массовой концентрации 60 г/дм^3;
- соль динатриевую этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм^3;
- фенолфталеин по [11], раствор массовой концентрации 0,10 г/дм^3 в этиловом спирте;
- водорода пероксид по ГОСТ 10929;
- никель первичный по ГОСТ 849;
- никель (II) сернокислый по ГОСТ 4465.

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.

9.3 Метод измерений

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом при длине волны от 520 до 540 нм. Медь предварительно отделяют электролизом.

9.4 Подготовка к выполнению измерений

9.4.1 Приготовление растворов для построения градуировочного графика

При приготовлении раствора А массовой концентрации никеля 0,1 мг/см^3 навеску металлического никеля массой 0,1000 г помещают в коническую колбу вместимостью 1000 см^3, приливают от 5 до 10 см^3 соляной кислоты с добавлением 2 — 3 см^3 пероксида водорода. После растворения навески раствор охлаждают и приливают от 5 до 7 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, раствор выпаривают до появления густых белых паров серной кислоты. Раствор охлаждают, приливают от 100 до 120 см^3 воды, нагревают до растворения солей и снова охлаждают. Помещают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Такой же раствор может быть приготовлен из сернокислого никеля: навеску соли массой 0,4784 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают от 100 до 200 см^3 воды, 1 см^3 серной кислоты, перемешивают до растворения навески, доливают водой до метки и перемешивают.

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

При приготовлении раствора В массовой концентрации никеля 0,002 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, приливают 0,5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до метки и перемешивают.

9.4.2 При приготовлении смеси кислот для растворения смешивают 500 см^3 серной кислоты с 1250 см^3 воды, после охлаждения добавляют 350 см^3 азотной кислоты и перемешивают.

9.4.3 Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 50 см^3 каждая помещают 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 6,0 см^3 раствора В, что соответствует 0,0; 0,002; 0,004; 0,006; 0,008 и 0,012 мг никеля. В каждую колбу приливают воду до объема 10 см^3, затем последовательно приливают 2 см^3 раствора виннокислого калия-натрия, 5 см^3 раствора гидроокиси натрия, 5 см^3 раствора диметилглиоксима в растворе гидроокиси натрия и после прибавления каждого реактива перемешивают. Через 5—7 мин приливают 5 см^3 раствора трилона Б и 5 см^3 раствора хлористого аммония, доливают водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора через 7—10 мин на спектрофотометре или фотоколориметре при длине волны от 520 до 540 нм в кювете с оптимальной толщиной слоя. Раствором сравнения служит вода.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им концентрациям никеля строят градуировочный график.

9.5 Выполнение измерений

9.5.1 Навеску меди массой 2,0000 г помещают в мерный стакан вместимостью 400 см^3, приливают от 20 до 25 см^3 смеси кислот для растворения и нагревают до растворения навески и удаления оксидов азота. Раствор охлаждают, приливают от 150 до 160 см^3 воды, помещают в стакан сетчатые платиновые электроды и проводят электролиз при силе тока от 2 до 2,5 А и напряжении от 2 до 2,5 В. По окончании электролиза электроды вынимают из раствора и промывают спиртом (из расчета 10 см^3 спирта на одно определение), затем водой.

Электролит упаривают при нагревании до объема от 50 до 70 см^3 и после охлаждения помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки водой.

В зависимости от массовой доли никеля в меди отбирают аликвоту 5, 10, 20 см^3. Помещают ее в делительную воронку вместимостью 100 см^3, разбавляют водой до объема 50 см^3 и приливают 1 см^3 раствора триэтаноламина, 5 см^3 раствора лимоннокислого натрия, 2 см^3 раствора солянокислого ги-

дроксиламина и перемешивают раствор. Затем приливают 2—3 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют аммиаком до появления розовой окраски и затем еще 2—3 капли аммиака.

В делительную воронку приливают 10 см^3 спиртового раствора диметилглиоксима, через 2—3 мин 10 см^3 хлороформа и экстрагируют в течение 1 мин. Органический слой сливают в другую делительную воронку вместимостью 50 см^3, а к водному слою приливают еще 5 см^3 хлороформа и повторяют экстракцию. Экстракт присоединяют к первой порции, а водный слой отбрасывают.

К объединенным экстрактам добавляют 15 см^3 аммиака, разбавленного 2:98, и экстрагируют в течение 1 мин. Водный слой отбрасывают, а к органическому слою приливают 15 см^3 раствора аммиака и экстракцию повторяют. Водный слой снова отбрасывают.

Для извлечения никеля из хлороформного экстракта в делительную воронку приливают 15 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм^3 и энергично встряхивают в течение 1 мин. Органический слой сливают в другую делительную воронку вместимостью 50 см^3 и повторяют реэкстракцию с 15 см ^{3} раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм^3. Органический слой отбрасывают, а солянокислый сливают в стакан вместимостью 100 см^3 и выпаривают до сухих солей.

К сухому остатку приливают от 1 до 2 см^3 смеси азотной и соляной кислот (1:3) и снова выпаривают до густых солей. Затем добавляют 1 см^3 соляной кислоты и выпаривают досуха. К сухому остатку приливают от 0,5 до 1 см^3 соляной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм^3, приливают от 8 до 10 см^3 воды и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см^3.

К раствору в колбе приливают последовательно, перемешивая после добавления каждого реактива, по 2 см^3 раствора виннокислого калия-натрия, 5 см^3 раствора надсернокислого аммония и далее продолжают измерение, как описано в 9.4.3.

Выполнение измерений осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрофотометра или фотоколориметра, массу никеля в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

9.6 Обработка результатов измерений

9.6.1 Массовую долю никеля X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)100}{m1000}, \qquad (6)$$

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

m_2 — масса никеля, полученная по результатам холостого опыта, мг;

m — масса навески меди, г.

9.6.2 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 8.

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

9.6.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 8. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

10 Спектрофотометрический метод измерений массовой доли селена

10.1 Характеристики показателей точности измерений

Показатели точности измерений массовой доли селена соответствуют характеристикам, приведенным в таблице 9 (при P = 0,95).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 9.

Таблица 9 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли селена при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли селена	Показатель точности ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,00010 до 0,00020 включ.	0,00006	0,00005	0,00007
Св. 0,0002 » 0,0005 »	0,0001	0,0001	0,0002
» 0,0005 » 0,0010 »	0,0002	0,0002	0,0003
» 0,0010 » 0,0020 »	0,0004	0,0003	0,0005
» 0,0020 » 0,0040 »	0,0005	0,0004	0,0007
» 0,0040 » 0,0100 »	0,0007	0,0008	0,0010

10.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 335 нм;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С, или аналогичную;
- баню водяную;
- стекло часовое;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- колбы мерные 2-100-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770;
- колбы конические Кн-2-100 ТХС, Кн-2-250 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронки делительные ВД-1-100 ХС по ГОСТ 25336;
- бюретки I-1-2-25-0,05 по ГОСТ 29251;
- стаканы В-1-100 ТХС, В-1-250 ТХС по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную 1:1;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552;
- кислоту муравьиную по ГОСТ 5848;
- соль динатриевую этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм^3;
- бензол по ГОСТ 5955;
- толуол по ГОСТ 5789;
- *орто*-фенилендиамин солянокислый по [12], раствор массовой концентрации 10 г/дм^3 (использовать свежеприготовленным). Допускается использование реактива квалификации ниже ч.д.а.;
- селен технический по ГОСТ 10298;
- бумагу индикаторную универсальную по [9].

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.

10.3 Метод измерений

Метод основан на измерении оптической плотности комплексного соединения селена с *орто*-фенилендиамином, экстрагируемого бензолом или толуолом. Мешающее влияние меди устраняют прибавлением избытка реагента, железа — фосфорной кислотой, висмута — трилоном Б.

10.4 Подготовка к выполнению измерений

10.4.1 Приготовление растворов для построения градуировочного графика

При приготовлении раствора А массовой концентрации селена 0,1 мг/см^3 навеску селена массой 0,0500 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают от 7 до 10 см^3 азотной кислоты, растворяют селен при нагревании на водяной бане, приливают 10 см^3 соляной кислоты. К раствору приливают от 15 до 20 см^3 воды, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, приливают от 15 до 20 см^3 соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации селена 0,001 мг/см^3 аликвоту 5 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, приливают 5 см^3 соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

10.4.2 Построение градуировочного графика

В девять конических колб вместимостью 100 см^3 каждая помещают 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0 и 15,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0; 0,0005; 0,0010; 0,0020; 0,0030; 0,0050; 0,0070; 0,0100 и 0,0150 мг селена. Растворы разбавляют водой до объема от 30 до 35 см^3, приливают 1 см^3 муравьиной кислоты, 5 см^3 ортофосфорной кислоты, 0,5 см^3 раствора трилона Б и затем по каплям аммиак до pH 1 (по универсальной индикаторной бумаге). После этого приливают 3 см^3 раствора *орто*-фенилендиамина и оставляют на 20—25 мин.

Полученный раствор помещают в делительную воронку вместимостью 100 см^3, приливают из бюретки 5 см^3 бензола или толуола и экстрагируют в течение 2 мин. Экстракт сливают в сухой стакан и измеряют его оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 335 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм.

Раствором сравнения служит бензол (толуол).

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям селена строят градуировочной график.

10.5 Выполнение измерений

Две навески меди массой от 1,0000 до 2,0000 г в соответствии с таблицей 10 помещают в стаканы вместимостью 250 см^3. В один стакан вводят добавку раствора селена с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3, объем которого выбирают таким образом, чтобы аналитический сигнал компонента увеличился от 2 до 3 раз по сравнению с данным аналитическим сигналом в отсутствии добавки.

Таблица 10

Массовая доля селена, %	Масса навески, г	Объем серной кислоты, см^3	Вместимость мерной колбы, см^3	Объем аликвоты раствора, см^3
До 0,001 включительно	1,0000	10	—	Весь раствор
Св. 0,001	2,0000	20	100	10—20

В стаканы приливают от 20 до 25 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и оставляют без нагревания на 5—10 мин. Затем раствор нагревают и выпаривают до объема от 4 до 5 см^3. Охлаждают, приливают от 10 до 20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до выделения паров серной кислоты. Раствор охлаждают, приливают от 5 до 10 см^3 воды и снова выпаривают до появления паров кислоты. После охлаждения приливают от 20 до 40 см^3 воды, накрывают стакан стеклом и нагревают до кипения. Раствор охлаждают и в зависимости от взятой навески помещают его в коническую или мерную колбу вместимостью 100 см^3. Раствор в мерной колбе разбавляют водой до метки и перемешивают.

Весь раствор или аликвоту раствора в соответствии с таблицей 10 объемом от 10 до 20 см^3 переносят в коническую колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют водой так, чтобы конечный объем не превышал 30—35 см^3, приливают 1 см^3 муравьиной кислоты, 5 см^3 ортофосфорной кислоты, 0,5 см^3 раствора трилона Б, затем по каплям аммиак до pH 1, 3 см^3 *орто*-фенилендиамина и оставляют на 20—25 мин.

Затем раствор переливают в делительную воронку, приливают из бюретки 5 см^3 бензола или толуола и экстрагируют в течение 2 мин. Экстракт сливают в сухой стакан и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 335 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Раствором сравнения служит бензол (толуол).

Выполнение измерений осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрофотометра или фотоколориметра, массу селена в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

10.6 Обработка результатов измерений

10.6.1 Массовую долю селена X %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V 100}{m V_1 1000}, \quad (7)$$

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

V — вместимость мерной колбы, см^3;

V_1 — объем аликвоты раствора, см^3;

m — масса навески меди, г.

10.6.2 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 9.

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

10.6.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 9. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

11 Экстракционно-фотометрический метод измерений массовой доли сурьмы

11.1 Характеристики показателей точности измерений

Показатели точности измерений массовой доли сурьмы соответствуют характеристикам, приведенным в таблице 11 (при P = 0,95).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 11.

Таблица 11 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли сурьмы при доверительной вероятности P = 0,95

В процентах

Диапазон измерений массовой доли сурьмы	Показатель точности ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
От 0,0003 до 0,0005 включ.	0,0001	0,0001	0,0002
Св. 0,0005 » 0,0010 »	0,0002	0,0002	0,0003
» 0,0010 » 0,0030 »	0,0004	0,0004	0,0006
» 0,003 » 0,010 »	0,001	0,001	0,002

11.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны 590 нм;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С, или аналогичную;
- стекло часовое;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1-50 ТХС, В-1-250 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы конические Кн-2-250 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- воронки делительные ВД-3-100 ХС по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- дефлегматор по ГОСТ 25336.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную 3:97;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 3:1, 7:3;
- кислоту серную по ГОСТ 4204 и разбавленную 1:10;
- аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор массовой концентрации 150 г/дм^3;
- индикатор бриллиантовый зеленый [13], водно-спиртовой раствор массовой концентрации 5 г/дм^3;
- порошок железный по ГОСТ 9849, раствор массовой концентрации 15 г/дм^3 в соляной кислоте, разбавленной 1:10;
- карбамид по ГОСТ 6691, насыщенный раствор;
- натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор массовой концентрации 100 г/дм^3;
- олово двухлористое по [8], раствор массовой концентрации 100 г/дм^3 в соляной кислоте, разбавленной 1:1;
- олово по ГОСТ 860;
- толуол по ГОСТ 5789 (перегнанный) или бензол по ГОСТ 5955;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;
- сурьму по ГОСТ 1089;
- фильтры обеззоленные по [3] или аналогичные;
- бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026.

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.

11.3 Метод измерений

Метод основан на измерении оптической плотности при длине волны 590 нм окрашенного хлоридного комплекса сурьмы (V) с бриллиантовым зеленым после отделения сурьмы соосаждением с метаоловянной кислотой, окислении сурьмы (III) азотистокислым натрием и экстракции комплекса толуолом (бензолом).

11.4 Подготовка к выполнению измерений

11.4.1 Приготовление растворов для построения градуировочного графика

При приготовлении раствора А массовой концентрации сурьмы 0,1 мг/см^3 навеску сурьмы массой 0,1000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:10, и нагревают до растворения навески. После охлаждения раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, снабженную дефлегматором. Приливают 200 см^3 соляной кислоты, разбавленной 7:3, и нагревают до растворения навески. После охлаждения раствор упаривают до объема от 5 до 10 см^3, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:10.

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

При приготовлении раствора В массовой концентрации сурьмы 0,002 мг/см^3 аликвоту 20 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:10. Раствор используют свежеприготовленным.

11.4.2 При приготовлении водно-спиртового раствора бриллиантового зеленого индикатора массовой концентрации 5 г/дм^3 0,5 г индикатора растворяют в 100 см^3 смеси спирта с водой в соотношении 1:3.

11.4.3 При приготовлении насыщенного раствора карбамида 50 г карбамида растворяют при нагревании в 50 см^3 воды, затем раствор фильтруют.

Раствор применяют свежеприготовленным.

11.4.4 Построение градуировочного графика

В семь стаканов из восьми вместимостью 50 см^3 каждый помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора В и 2,0 и 3,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0,002; 0,004; 0,006; 0,008; 0,010; 0,020; 0,030 мг сурьмы. Растворы выпаривают до влажных солей, охлаждают, приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 3:1, нагревают до растворения солей, охлаждают, приливают три капли раствора хлорного железа, раствор двухлористого олова до восстановления железа, 1 см^3 раствора азотистокислого натрия и оставляют на 5 мин. Обмывают стенки стакана водой и приливают 1 см^3 раствора карбамида. Переносят растворы в делительные воронки вместимостью 100 см^3, доливают водой до объема 75 см^3, приливают от 1 до 2 см^3 раствора бриллиантового зеленого, 10 см^3 толуола или бензола и экстрагируют в течение 1 мин. Толуольный (бензольный) слой отделяют и через 15—20 мин измеряют оптическую плотность экстракта на спектрофотометре или фотоколориметре при длине волны 590 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Раствором сравнения служит толуол (бензол).

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям сурьмы строят градуировочной график.

11.5 Выполнение измерений

Навеску меди массой 2,0000 г помещают в стакан (коническую колбу) вместимостью 250 см^3, добавляют от 0,01 до 0,02 г олова, приливают от 20 до 25 см^3 азотной кислоты, накрывают стакан или колбу стеклом и нагревают до растворения навески. Стекло снимают, обмывают водой над стаканом (колбой) и упаривают раствор до объема от 5 до 7 см^3.Затем приливают от 100 до 120 см^3 горячей воды, от 20 до 25 см^3 раствора азотнокислого аммония, добавляют немного фильтробумажной массы и кипятят от 10 до 20 мин. Оставляют раствор с осадком в теплом месте плиты от 2 до 2,5 ч.

После этого фильтруют раствор через фильтр, в конус которого вложено немного фильтробумажной массы. Колбу и фильтр промывают от 10 до 15 раз горячей азотной кислотой, разбавленной 3:97.

Фильтр с осадком помещают в стакан или колбу, в которой проводили осаждение, приливают 20 см^3 азотной кислоты и 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:10, накрывают покрывным стеклом и нагревают до удаления оксидов азота. Стекло снимают, обмывают его водой над стаканом (колбой) и выпаривают раствор до появления густых паров серной кислоты. Если в этот момент раствор темнеет, то добавляют азотнокислый аммоний до обесцвечивания раствора.

Охлаждают, помещают раствор в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают.

Отбирают аликвоту 25 см^3 и помещают ее в стакан вместимостью 50 см^3. Упаривают при нагревании до влажных солей, приливают 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 3:1, и нагревают до растворения солей. Далее продолжают, как указано в 11.4.4.

Выполнение измерений осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрофотометра или фотоколориметра, массу сурьмы в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

11.6 Обработка результатов измерений

11.6.1 Массовую долю сурьмы X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V 100}{m V_1 1000}, \quad (8)$$

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

V — вместимость мерной колбы, см^3;

m — масса навески меди, г;

V_1 — объем аликвоты раствора, см^3.

11.6.2 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 11.

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

11.6.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 11. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

12 Экстракционно-фотометрический метод измерений массовой доли фосфора

12.1 Характеристики показателей точности измерений

Показатели точности измерений массовой доли фосфора соответствуют характеристикам, приведенным в таблице 12 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 12.

Таблица 12 — Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли фосфора при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли фосфора	Показатель точности $\pm \Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 0,00010 до 0,00030 включ.	0,00007	0,00008	0,00010
Св. 0,0003 » 0,0006 »	0,0002	0,0002	0,0003
» 0,0006 » 0,0012 »	0,0004	0,0004	0,0005
» 0,0012 » 0,0030 »	0,0006	0,0006	0,0008
» 0,003 » 0,006 »	0,001	0,001	0,002

12.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрофотометр или фотоколориметр со всеми принадлежностями, обеспечивающий проведение измерений при длине волны от 620 до 630 нм или 720 нм;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С, или аналогичную;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- стаканы В-1-100 ТХС или Н-1-100 ТХС, В-1-250 ТХС по ГОСТ 25336;
- колбы мерные 2-25-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- воронки делительные ВД-1-50 ХС, ВД-1-100 ХС, ВД-1-150 ХС по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- чашки из стеклоуглерода по [14].

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461 или кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125, разбавленную 2:1;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:9;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, раствор молярной концентрации 0,5 моль/дм^3;
- глицерин по ГОСТ 6259;

- олово двухлористое по [8], раствор массовой концентрации 100 г/дм^3 в глицерине, раствор массовой концентрации 40 г/дм^3 в соляной кислоте, разбавленной 1:9;
- калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор массовой концентрации 50 г/дм^3;
- бутанол-1 по ГОСТ 6006, перегнанный при температуре 118 °С;
- хлороформ по ГОСТ 20015, перегнанный;
- смесь для экстракции: 30 см^3 бутанола-1 смешивают с 70 см^3 хлороформа;
- медь по ГОСТ 859;
- натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ 11773, высушенный до постоянной массы при температуре от 102 °С до 105 °С;
- калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, высушенный до постоянной массы при температуре от 102 °С до 105 °С;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765 (перекристаллизованный), раствор массовой концентрации 100 г/дм^3;
- смесь восстановительную;
- бумагу индикаторную универсальную по [9].

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.

12.3 Метод измерений

Метод основан на измерении оптической плотности при длине волны от 620 до 630 нм или 720 нм окрашенного комплексного соединения молибдофосфорной гетерополикислоты после избирательной экстракции смесью бутанола с хлороформом.

12.4 Подготовка к выполнению измерений

12.4.1 Приготовление растворов для построения градуировочного графика

При приготовлении раствора А массовой концентрации фосфора 0,1 мг/см^3 навеску двузамещенного фосфорнокислого натрия массой 0,4580 г или однозамещенного фосфорнокислого калия массой 0,4393 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают от 100 до 150 см^3 воды, доливают водой до метки и перемешивают.

При приготовлении раствора Б массовой концентрации фосфора 0,01 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят в день выполнения измерений.

12.4.2 При приготовлении восстановительной смеси смешивают 50 см^3 свежеприготовленного раствора двухлористого олова в соляной кислоте и 450 см^3 серной кислоты молярной концентрации 0,5 моль/дм^3. Готовят перед применением.

12.4.3 Построение градуировочного графика

В семь делительных воронок вместимостью 50 см^3 каждая помещают 0,0; 0,10; 0,20; 0,50; 1,00; 1,5 и 2,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0,0; 0,001; 0,002; 0,005; 0,010; 0,015 и 0,020 мг фосфора.

В каждую воронку приливают по 3 см^3 соляной кислоты, по 7 см^3 воды, по 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония и далее проводят экстракцию, как описано в 12.5.1.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им концентрациям фосфора строят градуировочный график.

12.5 Выполнение измерений

12.5.1 Две навески меди массой 1,0000 г помещают в чашки из стеклоуглерода или стаканы (конические колбы) вместимостью 100 см^3. В одну чашку или стакан вводят добавку раствора фосфора массовой концентрации фосфора 0,1 мг/см^3, объем которого выбирают таким образом, чтобы аналитический сигнал компонента увеличился от 2 до 3 раз по сравнению с данным аналитическим сигналом в отсутствии добавки. Приливают от 0,1 до 0,3 см^3 раствора марганцевокислого калия и 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 2:1. Нагревают до растворения навески и затем выпаривают до сухих солей. Остаток

растворяют в 3 см^3 соляной кислоты и 7 см^3 воды. К полученному раствору добавляют 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония и выдерживают от 5 до 7 мин.

Затем переводят в делительную воронку вместимостью от 100 до 150 см^3, добавляют 20 см^3 смеси для экстракции и экстрагируют в течение 2 мин. После разделения слоев органическую фазу помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3, приливают одну каплю раствора двухлористого олова, доливают до метки смесью для экстракции и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность экстракта на спектрофотометре или фотоколориметре при длине волны от 620 до 630 нм в кювете с толщиной слоя 50 или 30 мм. Раствором сравнения служит смесь для экстракции.

Выполнение измерений осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрофотометра или фотоколориметра, массу фосфора в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

12.5.2 Навеску меди массой 1,0000 г помещают в стакан (коническую колбу) вместимостью 250 см^3, приливают от 0,1 до 0,3 см^3 марганцовокислого калия и 20 см^3 смеси кислот для растворения. Нагревают до растворения навески. Охлаждают, приливают от 20 до 30 см^3 воды, перемешивают. Помещают в делительную воронку вместимостью от 100 до 150 см^3, разбавляют водой до объема 50 см^3, нейтрализуют раствором аммиака до pH~5 (по универсальной индикаторной бумаге), приливают 4 см^3 прокипяченной азотной кислоты, 5 см^3 раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и выдерживают 10 мин.

Затем добавляют 10 см^3 смеси для экстракции и экстрагируют 2 мин. После расслоения жидкостей органический слой сливают в другую делительную воронку вместимостью 100 см^3, а к водному слою добавляют 10 см^3 смеси для экстракции и повторяют экстракцию. Органический слой сливают в делительную воронку, в которой находился первый экстракт, а водный слой отбрасывают.

К объединенным экстрактам приливают 20 см^3 восстановительной смеси и энергично встряхивают в течение 1 мин. После расслоения водный слой помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и доливают водой до метки. Органический слой отбрасывают.

Через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 720 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Раствором сравнения служит раствор холостого опыта.

Выполнение измерений осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрофотометра или фотоколориметра, массу фосфора в миллиграммах устанавливают по градуировочному графику.

12.6 Обработка результатов измерений

12.6.1 Массовую долю фосфора X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 100}{m 1000}, \qquad (9)$$

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

m — масса навески меди, г.

12.6.2 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 12.

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

12.6.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 12. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

13 Массовую долю примесей в меди определяют параллельно в двух навесках. Одновременно с проведением измерений в тех же условиях проводят контрольный опыт для внесения соответствующей поправки в результаты измерений. При определении примесей в меди число параллельных определений при контрольном опыте должно соответствовать числу параллельных определений, указанному в методе измерений.

Библиография

[1]	Технические условия ТУ 4389-001-44330709—2008	Плита нагревательная стеклокерамическая встраиваемая LOIP LH-304
[2]	Фармакопейная статья ФС 42-2668—95	Аскорбиновая кислота фармакопейная
[3]	Технические условия ТУ 264221-001-05015242—07[1)]	Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)
[4]	Технические условия ТУ 6-09-364-83	Калий йоднокислый мета, чистый для анализа, ЧДА
[5]	Технические условия ТУ 6-09-07-1689—89	1-Нитрозо-2-нафтол. Технические условия
[6]	Технические условия ТУ 6-09-5359—87	Квасцы железоаммонийные, ЧДА
[7]	Технические условия ТУ 6-09-01-756—86	Титан треххлористый
[8]	Технические условия ТУ 6-09-5393—88	Олово двухлористое
[9]	Технические условия ТУ 6-09-1181—89	Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1—10 и 7—14
[10]	Технические условия ТУ 2423-61-05807977—2002	Триэтаноламин
[11]	Технические условия ТУ 6-09-5360—88	Фенолфталеин
[12]	Технические условия ТУ 6-09-05-0512—91	Орто-фенилендиамин
[13]	Технические условия ТУ 6-09-01-4278—88	Бриллиантовый зеленый, индикатор, ЧДА
[14]	Технические условия ТУ 48-20-117—92	Посуда лабораторная из стеклоуглерода марки СУ-2000

[1)] Действуют только на территории Российской Федерации.

УДК 669.3.001.4:006.354 МКС 77.120.30

Ключевые слова: медь высокой чистоты, фотометрический метод измерений, компонент, диапазон измерений, показатель точности, экстракция, делительные воронки, спектрофотометр

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *К.Л. Чубанова*

Сдано в набор 06.04.2016. Подписано в печать 18.04.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,72. Уч.-изд. л. 3,40. Тираж 34 экз. Зак. 1094.

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

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

gost.e-ecolog.ru