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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 27981.2— 2015

МЕДЬ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Метод химико-атомно-эмиссионного 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. № 51-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 27981.2—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 27981.2—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

© 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 Характеристика показателей точности измерений 2
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы 3
5 Метод измерений 4
6 Подготовка к проведению измерений 5
7 Выполнение измерений 9
8 Обработка результатов измерений 9
Библиография 11

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

Метод химико-атомно-эмиссионного анализа

High purity copper. Method of chemical-atomic-emission analysis

Дата введения — 2016—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает химико-атомно-эмиссионный метод измерений массовых долей примесей в меди в диапазонах, представленных в таблице 1.

Таблица 1 — Диапазон измерений массовых долей компонентов в меди

В процентах

Наименование определяемого компонента	Диапазон массовой доли компонента	Наименование определяемого компонента	Диапазон массовой доли компонента
Висмут	От 0,000010 до 0,0010 включ.	Марганец	От 0,0000010 до 0,0010 включ.
Железо	От 0,000010 до 0,0010 включ.	Олово	От 0,000010 до 0,0010 включ.
Кадмий	От 0,0000010 до 0,000100 включ.	Никель	От 0,000010 до 0,00100 включ.
Кобальт	От 0,0000010 до 0,00010 включ.	Цинк	От 0,000010 до 0,0010 включ.
Кремний	От 0,000010 до 0,0010 включ		

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. 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 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 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике*

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

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. 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 10928—90 Висмут. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Реактивы Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия**

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 23463—79 Графит порошковый особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования***

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25086—2011 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

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

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. 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 Характеристики показателей точности измерений

Точность измерений массовой доли компонентов в меди соответствует 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 измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли компонентов в меди при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Наименование определяемого компонента	Массовая доля компонента	Показатель точности $\pm \Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
			повторяемости r ($n = 3$)	воспроизводимости R
Висмут	0,000010	0,000006	0,000007	0,000008
	0,000030	0,000017	0,000020	0,000024
	0,00010	0,00005	0,00006	0,00007
	0,00030	0,00013	0,00015	0,00018
	0,0010	0,0003	0,0003	0,0004

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

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

*** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Окончание таблицы 2

В процентах

Наименование определяемого компонента	Массовая доля компонента	Показатель точности ± Δ	Пределы (абсолютные значения)	
			повторяемости r (n = 3)	воспроизводимости R
Железо	0,000010 0,000030 0,00010 0,00030 0,0010	0,000012 0,000034 0,00010 0,00025 0,0007	0,000014 0,000040 0,00012 0,00030 0,0008	0,000017 0,000048 0,00014 0,00036 0,0010
Кадмий	0,0000010 0,0000030 0,000010 0,000030 0,000100	0,0000006 0,0000015 0,000004 0,000013 0,000035	0,0000007 0,0000017 0,000005 0,000015 0,000042	0,0000008 0,0000021 0,000006 0,000018 0,000050
Кобальт	0,0000010 0,0000030 0,000010 0,000030 0,00010	0,0000007 0,0000021 0,000006 0,000015 0,00004	0,0000008 0,0000025 0,000008 0,000017 0,00005	0,0000010 0,0000030 0,000009 0,000021 0,00006
Кремний	0,000010 0,000030 0,00010 0,00030 0,0010	0,000012 0,000034 0,00010 0,00025 0,0007	0,0000014 0,000040 0,00012 0,00030 0,0008	0,000017 0,000048 0,00014 0,00036 0,0010
Марганец	0,0000010 0,0000030 0,000010 0,00003 0,00010	0,0000010 0,0000025 0,000007 0,00002 0,00006	0,0000012 0,0000030 0,000008 0,00002 0,00007	0,0000014 0,0000036 0,000010 0,00003 0,00009
Олово	0,000010 0,00003 0,00010 0,00030 0,0010	0,000010 0,00002 0,00004 0,00011 0,0003	0,000012 0,00003 0,00004 0,00012 0,0003	0,000014 0,00003 0,00005 0,00015 0,0004
Никель	0,000010 0,00003 0,00010 0,00030 0,00100	0,000010 0,00002 0,00003 0,00006 0,00014	0,000012 0,00003 0,00003 0,00008 0,00017	0,000014 0,00003 0,00004 0,00009 0,00020
Цинк	0,000010 0,00003 0,00010 0,00030 0,0010	0,000007 0,00002 0,00006 0,00017 0,0004	0,000010 0,00002 0,00007 0,00020 0,0005	0,000010 0,00003 0,00009 0,00024 0,0006

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрометр средней дисперсии (разрешение линий — от 0,03 до 0,08 нм) с трехлинзовой системой освещения или любой другой с фотоэлектрической регистрацией спектра;
- дуговой или искровой генератор, обеспечивающий силу тока до 12 А;
- электромеханический встряхиватель или аппарат для перемешивания жидкости;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева до 1000 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- приспособление для заточки угольных электродов, станок модели КП-35, УЗС-6;

- бокс из органического стекла;
- ступку и пестик из органического стекла;
- ступку и пестик агатовые;
- электроды графитовые особой чистоты по [2] марки не ниже ЕС 12;
- пинцет из нержавеющей стали;
- колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2-50-24/29, Кн-2-100-29/32 ТХС, Кн-2-500-29/32 ТХС по ГОСТ 25336;
- воронки делительные ВД-1-100 ХС, ВД-3-2000 ХС по ГОСТ 25336;
- пипетки 1-го класса точности по ГОСТ 29227;
- тигли из платины по ГОСТ 6563;
- чаши выпарительные кварцевые по ГОСТ 19908 или фторопластовые по [3] вместимостью 100 $см^3$;
- чаши фарфоровые по ГОСТ 9147 вместимостью 100 $см^3$;
- посуду лабораторную из фторопласта по [3];
- стекло часовое;
- мензурки 50 по ГОСТ 1770;
- баню водяную;
- стаканы В-1-100 ТХС по ГОСТ 25336.

При выполнении измерений применяют следующие материалы, растворы:

- ацетон по ГОСТ 2603;
- кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125, разбавленную 1:1, 1:2, 1:10;
- кислоту соляную особой чистоты по ГОСТ 14261, разбавленную 1:1, 1:2, 1:2,5, 1:3, 1:10;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709 или воду для лабораторного анализа по стандарту [4];
- спирт этиловый по ГОСТ 18300;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.;
- натрий углекислый по ГОСТ 83, х. ч.;
- графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463;
- калия гидроокись (гидроксид) по ГОСТ 24363, раствор молярной концентрации 4 моль/$дм^3$;
- водорода пероксид по 10929, раствор массовой концентрации 300 г/$см^3$;
- гексан;
- кислоту *ди*-2-этилгексилдитиофосфорную (*ди*-2-ЭГДТФК), очищенную по [5];
- железо карбонильное ОСЧ 13-2, ОСЧ 6-2 по [6];
- висмут по ГОСТ 10928 марки Ви00;
- кадмий по ГОСТ 1467 марки Кд0;
- кобальт по ГОСТ 123 марки К0;
- кремния (IV) оксид по ГОСТ 9428;
- марганец по ГОСТ 6008 марки Мн998;
- медь по ГОСТ 859 марки М00к;
- никель по ГОСТ 849 марки Н-0;
- олово по ГОСТ 860 не ниже марки О1 пч;
- цинк по ГОСТ 3640 марки Ц0;
- стандартные образцы состава меди.

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 метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в методике измерений.

5 Метод измерений

Метод основан на растворении навески меди в смеси соляной кислоты и пероксида водорода, отделении меди от примесей экстракцией *ди*-2-этилгексилдитиофосфорной кислотой, получении концентрата определяемых компонентов на графитовом порошке и измерении интенсивности спектральных линий определяемых компонентов при сжигании образца из кратера угольного электрода.

6 Подготовка к проведению измерений

6.1 Подготовка прибора к выполнению измерений

6.1.1 Подготовку прибора к выполнению измерений проводят в соответствии с требованиями действующей инструкции по эксплуатации спектрометра. Устанавливают рабочие параметры измерений в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3

Наименование параметра	Значение параметра
Источник возбуждения спектра — дуга постоянного тока, А	10
Ширина щели спектрометра, мкм	10
Промежуточная диафрагма, мм	5
Время экспозиции, с	30
Примечание — Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от технических характеристик используемого спектрометра.	

Аналитические линии определяемых компонентов, свободные от спектральных наложений, представлены в таблице 4.

Таблица 4

Определяемый компонент	Длина волны, нм
Висмут	306,8; 289,8
Железо	259,9; 238,2
Кадмий	228,8; 326,1
Кобальт	242,4; 241,4
Кремний	253,2
Марганец	280,1; 260,6
Олово	284,0; 317,5
Никель	305,1; 231,1
Цинк	334,5

6.1.2 Спектрометр градуируют при создании метода с использованием образцов сравнения состава меди с каждой серией проб и строят зависимость интенсивности аналитической линии от массовой доли каждого определяемого компонента.

6.2 Приготовление растворов известной концентрации

6.2.1 При приготовлении раствора ионов висмута массовой концентрации 1 мг/см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают навеску висмута массой 0,1000 г и приливают 5 см^3 азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

6.2.2 При приготовлении раствора А ионов железа массовой концентрации 1 мг/см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают навеску железа массой 0,1000 г и приливают 2 см^3 соляной кислоты, 0,5 см^3 азотной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

При приготовлении раствора Б ионов железа массовой концентрации 0,1 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают.

При приготовлении раствора В ионов железа массовой концентрации 0,01 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают.

6.2.3 При приготовлении раствора А ионов кадмия массовой концентрации 1 мг/см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают навеску кадмия массой 0,1000 г и приливают 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают.

При приготовлении раствора Б ионов кадмия массовой концентрации 0,1 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают.

При приготовлении раствора В ионов кадмия массовой концентрации 0,01 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают.

6.2.4 При приготовлении раствора А ионов кобальта массовой концентрации 1 мг/см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают навеску кобальта массой 0,1000 г и приливают 5 см^3 азотной кислоты, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают.

При приготовлении раствора Б ионов кобальта массовой концентрации 0,1 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают.

При приготовлении раствора В ионов кобальта массовой концентрации 0,01 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают.

6.2.5 При приготовлении раствора А ионов кремния массовой концентрации 1 мг/см^3 навеску диоксида кремния массой 1,0000 г сплавляют в платиновом тигле с 2,0000 г углекислого натрия, для чего помещают тигель с навеской в муфель и постепенно нагревают в течение 15 мин до температуры плавления 900 °С — 950 °С, охлаждают, переносят плав в коническую колбу вместимостью 500 см^3 и растворяют плав в горячей воде. Раствор снова охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

6.2.6 При приготовлении раствора А ионов марганца массовой концентрации 1 мг/см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают навеску марганца массой 0,1000 г и приливают 5 см^3 соляной кислоты, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают.

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

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

6.2.7 При приготовлении раствора ионов олова массовой концентрации 1 мг/см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают навеску олова массой 0,1000 г и приливают 5 см^3 соляной кислоты, приливают от 2 до 3 капель азотной кислоты, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:2, и перемешивают.

6.2.8 При приготовлении раствора А ионов никеля массовой концентрации 1 мг/см^3 в коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают навеску никеля массой 0,1000 г, приливают 5 см^3 азотной кислоты и растворяют при нагревании на водяной бане. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

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

При приготовлении раствора В ионов никеля массовой концентрации 0,01 мг/см^3 помещают аликвоту 10 см^3 раствора Б в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают.

6.2.9 При приготовлении раствора А ионов цинка массовой концентрации 1 мг/см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают навеску цинка массой 0,1000 г и приливают 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:2, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают.

При приготовлении раствора Б ионов цинка массовой концентрации 0,1 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают.

При приготовлении раствора В ионов цинка массовой концентрации 0,01 мг/см^3 аликвоту 10 см^3 раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:10, и перемешивают.

6.2.10 Приготовление многокомпонентных растворов

6.2.10.1 При приготовлении раствора 1 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 приливают 15 см^3 соляной кислоты и по 2 см^3 растворов А кадмия и кобальта, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация ионов кадмия и кобальта — 20 мкг/см^3.

6.2.10.2 При приготовлении раствора 2 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 приливают 15 см^3 соляной кислоты и 5 см^3 раствора 1, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация ионов кадмия и кобальта — 1 мкг/см^3.

6.2.11 Приготовление растворов меди известной концентрации

6.2.11.1 Приготовление раствора меди массовой концентрации 100 мг/см^3

Навеску меди массой 5,0000 г помещают в колбу вместимостью 50 см^3, приливают от 20 до 25 см^3 азотной кислоты и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

6.2.11.2 Приготовление раствора меди массовой концентрации 50 мг/см^3

Навеску меди массой 5,0000 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3 приливают 30 см^3 соляной кислоты и 50 см^3 пероксида водорода массовой концентрации 300 г/дм^3. Пероксид водорода приливают порциями по 5 см^3. Раствор нагревают до кипения, кипятят в течение 2—3 мин для удаления остатков пероксида, охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

6.3 Приготовление образцов сравнения на основе графитового порошка с массовой долей хлористого натрия 4 %

6.3.1 Приготовление графитового порошка, содержащего 4 % хлористого натрия

Для приготовления графитового порошка, содержащего 4 % хлористого натрия, навеску графитового порошка массой 9,600 г помещают во фторопластовую (или из другого материала) чашу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 раствора хлористого натрия массовой концентрации 40 г/см^3 и высушивают смесь на плитке. Полученную смесь перемешивают в ступке в течение 1,5 ч в присутствии этилового спирта. Смесь хранят в плотно закрытом фторопластовом (или из другого материала) стакане.

6.3.2 Приготовление основного образца сравнения (ООС)

Основной образец сравнения с массовой долей каждого из определяемых компонентов 0,1 %: во фторопластовую (или из другого материала) чашу вместимостью 100 см^3 помещают 9,880 г графитового порошка и приливают последовательно по 10 см^3 растворов с массовой концентрацией 1 мг/см^3 железа, кадмия, кобальта, висмута, никеля, олова, марганца, цинка и 20 см^3 раствора кремния и выпаривают. Каждый последующий компонент вводят в хорошо высушенный графитовый порошок. По окончанию выпаривания графитовый порошок, содержащий компоненты, введенные в виде растворов, высушивают до постоянной массы и перемешивают в чаше, а затем в ступке в течение 1 ч.

6.3.3 Приготовление рабочих образцов сравнения (ОС)

Образцы сравнения (ОС1 — ОС9) готовят последовательным разбавлением ООС, а затем каждого последующего ОС графитовым порошком с массовой долей хлористого натрия 4 %. Массовые доли каждого из определяемых компонентов в ОС в процентах и навески для получения каждого ОС приведены в таблице 5. Указанные навески помещают в ступку, тщательно перетирают в присутствии этилового спирта в течение 30 мин и высушивают.

Таблица 5

Образец сравнения	Массовая доля каждого определяемого компонента, %	Масса навески, г	
		графитового порошка с массовой долей хлористого натрия 4 %	разбавляемого образца
ОС1	1×10^{-2}	1,800	0,200 (ООС)
ОС2	3×10^{-3}	1,400	0,600 (ОС1)
ОС3	1×10^{-3}	1,333	0,667 (ОС2)
ОС4	3×10^{-4}	1,400	0,600 (ОС3)
ОС5	1×10^{-4}	1,333	0,667 (ОС4)
ОС6	3×10^{-5}	1,400	0,600 (ОС5)

Окончание таблицы 5

Образец сравнения	Массовая доля каждого определяемого компонента, %	Масса навески, г	
		графитового порошка с массовой долей хлористого натрия 4 %	разбавляемого образца
ОС7	1×10^{-5}	1,333	0,667 (ОС6)
ОС8	3×10^{-6}	1,400	0,600 (ОС7)
ОС9	1×10^{-6}	1,333	0,667 (ОС8)
ОС6	3×10^{-5}	1,400	0,600 (ОС5)
ОС7	1×10^{-5}	1,333	0,667 (ОС6)
ОС8	3×10^{-6}	1,400	0,600 (ОС7)
ОС9	1×10^{-6}	1,333	0,667 (ОС8)

Образцы сравнения хранят в плотно закрытых стаканчиках из фторопласта или другого материала.

Все операции по приготовлению образцов сравнения проводят в боксе из органического стекла, тщательно протирая стенки этиловым спиртом. Расход спирта на одно измерение —10 см^3.

6.4 Очистка технической *ди*-2-ЭГДТФК

В делительную воронку вместимостью 2000 см^3 помещают 300 см^3 технической *ди*-2-ЭГДТФК и 450 см^3 гексана. Приливают 750 см^3 раствора гидроксида калия молярной концентрации 4 моль/дм^3 и перемешивают от 3 до 7 раз, выпуская каждый раз из воронки воздух. После чего закрепляют воронку в электромеханическом встряхивателе и перемешивают содержимое в течение 10 мин.

После расслаивания водный слой (нижний) отделяют и отбрасывают. В делительную воронку вводят 750 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:2,5, и проводят операции по перемешиванию содержимого делительной воронки. Водный слой (нижний) отделяют и отбрасывают.

В делительную воронку вводят 790 см^3 раствора гидроксида калия молярной концентрации 2 моль/дм^3. Осторожно переворачивают делительную воронку вверх-вниз от 5 до 10 раз, выпуская каждый раз из нее воздух. С помощью встряхивателя перемешивают содержимое воронки в течение 10 мин. После разделения слоев нижний слой, представляющий собой раствор калиевой соли *ди*-2-ЭГДТФК в смеси вода-спирт-гексан, сливают в колбу вместимостью 2000 см^3.

Гексановый слой отбрасывают, а раствор калиевой соли *ди*-2-ЭГДТФК возвращают в делительную воронку. В нее вводят 200 см^3 гексана и встряхивают в течение 10 мин. Отделившийся слой гексана (верхний) отбрасывают. Водно-спиртово-гексановый слой вводят в делительную воронку и обрабатывают 750 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:3, встряхивая в течение 5 мин. Водный слой (нижний) отбрасывают, а органический слой промывают 750 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:3, в течение 5 мин.

6.5 Установление объема раствора калиевой соли *ди*-2-ЭГДТФК, необходимого для субстехиометрической экстракции

В делительную воронку вместимостью 100 см^3 приливают 20 см^3 раствора меди массовой концентрации 50 мг/см^3 и 26 см^3 раствора калиевой соли *ди*-2-ЭГДТФК, проводят экстракцию меди в течение 15 мин, рафинат отделяют и измеряют в нем массовую долю меди любым методом (например, атомно-абсорбционным). 1 см^3 рафината содержит 0,01—0,08 мг меди. В противном случае экстракцию проводят вновь, изменяя соответствующим образом (уменьшая или увеличивая) объем используемого экстрагента.

Установление объема раствора *ди*-2-ЭГДТФК, необходимого для стехиометрической экстракции, проводят один раз для каждой партии экстрагента.

6.6 Растворение проб

Навеску анализируемой пробы меди массой 1,0000 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3. Для удаления поверхностных загрязнений пробу промывают один раз соляной кислотой, разбавленной 1:10, и два раза водой. После этого в стакан приливают 12 см^3 соляной кислоты, накрывают стакан стеклом и вводят под стекло пипеткой от 3 до 5 см^3 пероксида водорода массовой концентрации 300 /дм^3. Через 2—3 мин после завершения реакции приливают от 3 до 5 см^3 пероксид водорода массовой кон-

центрации 300 г/дм^3. После полного растворения навески стакан помещают на плитку и медленно доводят до кипения. Через 3—4 мин стакан с плитки снимают и охлаждают.

6.7 Отделение меди

Раствор, полученный по 6.6, переносят количественно в делительную воронку вместимостью 100 см^3, используя от 5 до 7 см^3 воды. В воронку вводят гексановый раствор *ди*-2-ЭГДТФК в объеме, установленном в 6.5. Медь экстрагируют в течение от 15 до 20 мин. Рафинат отделяют и переносят обратно в стакан. Органический слой отбрасывают, воронку промывают ацетоном, а затем бидистиллятом. Рафинат переливают в воронку, приливают 20 см^3 гексана и встряхивают в течение от 3 до 5 мин для удаления остатка органических веществ.

Рафинат отделяют и переносят в чашку для выпаривания вместимостью 50 см^3. Затем добавляют 100 мг графитового порошка с массовой долей хлористого натрия 4 % и осторожно выпаривают раствор при температуре от 80 °С до 100 °С.

Полученный сухой остаток представляет собой концентрат компонентов, подвергаемый анализу.

6.8 Проведение холостого опыта

В стакан вместимостью 100 см^3 приливают 12 см^3 соляной кислоты и 12 см^3 пероксида водорода массовой концентрации 300 г/дм^3. Раствор нагревают до разложения пероксида и переносят при помощи 3—5 см^3 воды в чашку для выпаривания вместимостью 50 см^3. Затем добавляют 100 мг графитового порошка с массовой долей хлористого натрия 4 % и осторожно выпаривают раствор при температуре от 80 °С до 100 °С.

6.9 Подготовка графитовых электродов

6.9.1 Графитовые электроды с кратером и «на конус» вытачивают на заточном станке в соответствии с действующей инструкцией по эксплуатации.

6.9.2 Для удаления поверхностных загрязнений электроды прокаливают в дуге постоянного тока при 12 А в течение 20 с. Очистке обжигом подвергают каждый электрод непосредственно перед проведением измерений, включая в дугу электрод с каналом в качестве анода, а электрод, заточенный на конус, — в качестве катода дуги.

7 Выполнение измерений

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

7.2 Подготовленными пробами и образцами сравнения набивают кратеры графитовых электродов методом погружения.

Массовую долю компонентов в меди определяют параллельно в трех навесках.

Каждый концентрат, полученный из анализируемой пробы или после проведения холостого опыта, помещают в канал графитового электрода диаметром 4 мм и глубиной 3 мм. От каждой навески пробы набивают электрод. В канал таких же графитовых электродов помещают каждый из образцов сравнения ОС1 — ОС9.

7.3 Одновременно через все стадии подготовки проб к измерениям проводят холостой опыт на чистоту реактивов и материалов.

Примечание — Массовая доля определяемых компонентов холостого опыта не должна превышать нижнюю границу диапазона определяемых содержаний.

Массовую долю компонентов в меди устанавливают по градуировочным графикам.

8 Обработка результатов измерений

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

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

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

8.3 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).

Библиография

[1] Технические условия ТУ 4389-001-44330709—2008 — Плита нагревательная стеклокерамическая встраиваемая LOIP LH-304

[2] Технические условия ТУ 3497-001-51046676—01 — Электроды графитовые особой чистоты

[3] Технические условия ТУ 95-173—78 — Посуда лабораторная из фторопласта-4

[4] ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) — Вода для лабораторного анализа. Технические условия

[5] Технические условия ТУ 2435-259-05763458—98 — Кислота *ди*-2-этилгексилдитиофосфорная (*ди*-2-ЭГДТФК)

[6] Технические условия ТУ 6-09-05808009-262—92 — Железо карбонильное ОСЧ 13-2, ОСЧ 6-2

УДК 669.3.001.4:006.354 МКС 77.120.30

Ключевые слова: медь высокой чистоты, компонент, метод измерений, химико-атомно-эмиссионный анализ, градуировочные растворы, растворение навески меди, делительная воронка, графитовые электроды, диапазон измерений, показатель точности

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 09.03.2016. Подписано в печать 17.03.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,40. Тираж 39 экз. Зак. 768.

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

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

gost.e-ecolog.ru