ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52519— 2006

Платина

МЕТОД АТОМНО-ЭМИССИОННОГО АНАЛИЗА С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

Издание официальное

БЗ 9—2004/117

Москва
Стандартинформ
2006

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Приокский завод цветных металлов» (ОАО ПЗЦМ), Открытым акционерным обществом «Иргиредмет» (ОАО «Иргиредмет»), Государственным учреждением по формированию Государственного фонда драгоценных металлов и драгоценных камней Российской Федерации, хранению, отпуску и использованию драгоценных металлов и драгоценных камней (Гохран России) при Министерстве финансов Российской Федерации

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

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 февраля 2006 г. № 2-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2006

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Платина

МЕТОД АТОМНО-ЭМИССИОННОГО АНАЛИЗА С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

Platinum. Method of inductively coupled plasma atomic-emission analysis

Дата введения — 2006—07—01

1 Область применения

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

Стандарт устанавливает атомно-эмиссионный (с индуктивно связанной плазмой) метод определения содержания примесей: алюминия, висмута, железа, золота, иридия, кадмия, кальция, кремния, магния, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, олова, палладия, родия, рутения, свинца, серебра, сурьмы, теллура, хрома, цинка и циркония в аффинированной платине. Метод позволяет определять содержание примесей в интервалах, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 — Интервалы содержания определяемых элементов

Определяемый элемент	Интервал содержания (массовая доля), %	Определяемый элемент	Интервал содержания (массовая доля), %
Алюминий	0,0008 — 0,0100	Никель	0,0005 — 0,0100
Висмут	0,0015 — 0,0200	Олово	0,0010 — 0,0100
Железо	0,0005 — 0,0500	Палладий	0,0005 — 0,0400
Золото	0,0005 — 0,0200	Родий	0,0007 — 0,0500
Иридий	0,0010 — 0,0300	Рутений	0,0005 — 0,0200
Кадмий	0,0005 — 0,0100	Свинец	0,0010 — 0,0100
Кальций	0,0008 — 0,0500	Серебро	0,0005 — 0,0200
Кремний	0,0007 — 0,0200	Сурьма	0,0010 — 0,0200
Магний	0,0005 — 0,0100	Теллур	0,0025 — 0,0200
Марганец	0,0005 — 0,0200	Хром	0,0005 — 0,0200
Медь	0,0005 — 0,0200	Цинк	0,0005 — 0,0100
Молибден	0,0005 — 0,0200	Цирконий	0,0005 — 0,0400
Мышьяк	0,0010 — 0,0200		

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

Издание официальное

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

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

ГОСТ Р 52244—2004 Палладий аффинированный. Технические условия

ГОСТ Р 52245—2004 Платина аффинированная. Технические условия

ГОСТ 804—93 Магний первичный в чушках. Технические условия

ГОСТ 849—97 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 859—2001 Медь. Марки

ГОСТ 860—75 Олово. Технические условия

ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия

ГОСТ 1467—93 Кадмий. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 3778—98 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4530—76 Кальций углекислый. Технические условия

ГОСТ 5905—2004 Хром металлический. Технические требования и условия поставки

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

ГОСТ 6835—2002 Золото и золотые сплавы. Марки

ГОСТ 6836—2002 Серебро и серебряные сплавы. Марки

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10928—90 Висмут. Технические условия

ГОСТ 11069—2001 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12338—81 Иридий в порошке. Технические условия

ГОСТ 12340—81 Палладий в слитках. Технические условия

ГОСТ 12342—81 Родий в порошке. Технические условия

ГОСТ 12343—79 Рутений в порошке. Технические условия

ГОСТ 13610—79 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 17614—80 Теллур технический. Технические условия

ГОСТ 19658—81 Кремний монокристаллический в слитках. Технические условия

ГОСТ 22861—93 Свинец высокой чистоты. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24363—80 Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторное стеклянное. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28058—89 Золото в слитках. Технические условия

ГОСТ 28595—90 Серебро в слитках. Технические условия

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

ОСТ 6-12-112—73 Мышьяк металлический особой чистоты. Технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р 8.563.

4 Точность (правильность и прецизионность) метода

4.1 Показатели точности метода

Показатели точности метода: предел абсолютной погрешности результатов анализа Δ (границы интервала, в котором погрешность измерений находится с вероятностью $P = 0,95$), стандартные отклонения повторяемости и промежуточной прецизионности, значения предела повторяемости r, предела промежуточной прецизионности $I(TO)$ и предела воспроизводимости R — в зависимости от массовой доли определяемого элемента — примеси приведены в таблице 2.

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

Уровень содержания определяемых элементов (массовая доля)	Предел абсолютной погрешности $\pm\Delta$ (массовая доля)	Стандартное отклонение повторяемости s_r (массовая доля)	Предел повторяемости r, (массовая доля)	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $s_{I(TO)}$ (массовая доля)	Предел промежуточной прецизионности $I(TO)$ (массовая доля)	Предел воспроизводимости R (массовая доля)
0,0005	0,00026	0,00007	0,0002	0,00007	0,0002	0,00036
0,0010	0,0007	0,00018	0,0005	0,00018	0,0005	0,0008
0,0030	0,0010	0,0003	0,0008	0,0003	0,0008	0,0014
0,0050	0,0020	0,0004	0,0012	0,0004	0,0012	0,0028
0,0100	0,003	0,0007	0,002	0,0007	0,002	0,004
0,030	0,006	0,0011	0,003	0,0014	0,004	0,008
0,050	0,010	0,0011	0,003	0,0018	0,005	0,014
Примечание — Для промежуточных значений массовых долей показатели точности находят методом линейной интерполяции.						

4.2 Правильность

Для оценки систематической погрешности настоящего метода определения всех элементов (примесей) в платине следует использовать в качестве опорных аттестованные значения массовых долей элементов в государственных стандартных образцах состава платины (комплект Пл-35) ГСО 7351—97 или других ГСО, не уступающих по набору определяемых элементов и метрологическим характеристикам.

Систематическая погрешность метода при уровне значимости $\alpha = 5\%$ незначима по ГОСТ Р ИСО 5725-4 для всех определяемых элементов (примесей) в платине на всех уровнях определяемых содержаний.

4.3 Прецизионность

4.3.1 Диапазон результатов двух определений, полученных для одной и той же пробы одним оператором с использованием одного и того же оборудования в пределах кратчайшего из возможных интер-

валов времени, может превышать указанный в таблице 2 предел повторяемости r по ГОСТ Р ИСО 5725-6 в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при правильном использовании метода.

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

4.3.3 Результаты анализа одной и той же пробы, полученные двумя лабораториями в соответствии с разделами 6, 7, 8 настоящего стандарта, могут различаться с превышением предела воспроизводимости R по ГОСТ Р ИСО 5725-1, указанного в таблице 2, в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при правильном использовании метода.

5 Требования

5.1 Общие требования и требования безопасности

Общие требования, требования к обеспечению безопасности выполняемых работ и обеспечению экологической безопасности — по нормативным документам на общие требования к методам анализа драгоценных металлов и сплавов.

5.2 Требования к квалификации исполнителей

К проведению анализа допускаются лица не моложе 18 лет, обученные в установленном порядке и допущенные к самостоятельной работе на эмиссионном спектрометре.

6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой, с рабочим диапазоном длин волн от 180 до 500 нм и с возможностью проведения процедуры коррекции фона.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более + 0,0002 г.

Плита электрическая с закрытой спиралью.

Печь муфельная с терморегулятором с температурой нагрева до 1000 °С.

Сушильный шкаф.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Пипетки 1-1-1-1, 1-1-1-2, 1-1-1-5, 1-1-1-10 по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 1-25-2, 1-50-2, 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Мензурки 50, 100, 500 и 1000 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1-100 ТХС, В-1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронки В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) стеклянные по ГОСТ 25336.

Тефлоновые стаканы с крышками вместимостью от 50 до 100 $см^3$.

Полиэтиленовые или тефлоновые банки вместимостью 100 $см^3$.

Стекла часовые.

Ступка агатовая.

Тигли корундовые.

Пинцет медицинский.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» по [1].

Вода, дважды перегнанная в стеклянном аппарате.

Кислота азотная ос.ч. по ГОСТ 11125 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная ос.ч. по ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1, 1:3, 1:5.

Кислота серная ос. ч. по ГОСТ 14262 и разбавленная 1:9.

Бария пероксид (бария перекись) ос. ч. по [2].

Калия гидроксид (калия гидроокись) по ГОСТ 24363 и растворы концентрации 500 г/ $дм^3$ и 5 г/ $дм^3$.

Аммоний молибденовокислый $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ по ГОСТ 3765.

Золото по ГОСТ 6835 или ГОСТ 28058.

Серебро по ГОСТ 6836 или ГОСТ 28595.

Платина марки ПлА-0, ПлАП-0 по ГОСТ Р 52245 с массовой долей каждой определяемой примеси не более нижней границы интервала содержания, указанного в таблице 1.

Палладий по ГОСТ 12340 или ГОСТ Р 52244.

Родий в порошке по ГОСТ 12342.

Иридий в порошке по ГОСТ 12338.

Рутений в порошке по ГОСТ 12343.

Медь по ГОСТ 859.

Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610.

Свинец высокой чистоты по ГОСТ 22861 или по ГОСТ 3778.

Цинк по ГОСТ 3640.

Никель по ГОСТ 849.

Олово по ГОСТ 860.

Сурьма по ГОСТ 1089.

Кремний монокристаллический в слитках по ГОСТ 19658.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069.

Магний по ГОСТ 804.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Цирконий (IV) хлорокись по [3].

Висмут по ГОСТ 10928.

Марганец металлический по ГОСТ 6008.

Хром металлический по ГОСТ 5905.

Мышьяк металлический ос. ч. по ОСТ 6-12-112.

Теллур по ГОСТ 17614.

Кадмий металлический по ГОСТ 1467.

Стандартные образцы состава платины с погрешностью аттестованных значений содержания примесей, не превышающей 1/3 значения характеристики погрешности настоящего метода для каждого уровня содержания.

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

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 2.

7 Подготовка к анализу

7.1 Приготовление основных растворов

7.1.1 Растворы, содержащие 2 мг/ см^3 родия, иридия, рутения

Навеску металла массой 200,0 мг тщательно перемешивают с 5-кратным количеством пероксида бария, перетирают в агатовой ступке, переносят в корундовый тигель и спекают в течение 2-3 ч при температуре от 800 °С до 900 °С (тигель ставят в холодную муфельную печь). Спек охлаждают, переносят в стакан вместимостью 200 см^3, смачивают водой и растворяют в растворе соляной кислоты (1:1) до полного растворения. Если после растворения спека в растворе соляной кислоты остается осадок, спекание и растворение повторяют. Полученный раствор разбавляют водой до объема 50 см^3 и осаждают сульфат бария добавлением раствора серной кислоты (1:9) порциями при постоянном перемешивании. Раствор нагревают до температуры от 60 °С до 70 °С. Через 2-3 ч проверяют полноту осаждения сульфата бария и отфильтровывают через фильтр «синяя лента» в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Осадок на фильтре промывают 4-5 раз горячим раствором соляной кислоты (1:5), а затем 5-6 раз горячей водой. Раствор доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

7.1.2 Раствор, содержащий 1 мг/ см^3 серебра

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

7.1.3 Растворы, содержащие 2 мг/см^3 золота, сурьмы, мышьяка, теллура, олова

Навеску металла массой 200,0 мг растворяют в смеси соляной и азотной кислот (3:1) при нагревании. Раствор упаривают до объема от 2 до 3 см^3, прибавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты (1:5), пе-

реносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

7.1.4 Растворы, содержащие 2 мг/см^3 железа, меди, висмута, никеля

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

7.1.5 Раствор, содержащий 2 мг/см^3 свинца

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

7.1.6 Раствор, содержащий 2 мг/см^3 палладия

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

7.1.7 Растворы, содержащие 2 мг/см^3 алюминия, кадмия, хрома, марганца, цинка

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

7.1.8 Раствор, содержащий 2 мг/см^3 магния

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

7.1.9 Раствор, содержащий 2 мг/см^3 кальция

Углекислый кальций высушивают до постоянной массы при температуре от 100 °С до 105 °С, отбирают навеску массой 0,4994 г и растворяют в 10 см^3 раствора соляной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

7.1.10 Раствор, содержащий 2 мг/см^3 циркония

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

7.1.11 Раствор, содержащий 2 мг/см^3 молибдена

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

7.1.12 Раствор, содержащий 1 мг/ см^3 кремния

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

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

7.2 Приготовление раствора платины массовой концентрации 100 мг/см^3

Навеску платины массой 10,0 г помещают в тефлоновый стакан вместимостью от 100 до 200 см^3, прибавляют 50,0 см^3 свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1), стакан закрывают тефлоновой крышкой и растворяют платину при нагревании. Через каждые 2–3 ч прибавляют по 10 — 15 см^3 указанной смеси кислот до полного растворения навески. Раствор упаривают до объема 5 — 10 см^3, прибавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки тем же раствором кислоты, перемешивают и переносят в сухую полиэтиленовую или тефлоновую банку.

7.3 Приготовление промежуточных растворов

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

Раствор А: пипеткой отбирают по 5,00 см^3 основных растворов палладия, родия, иридия, рутения, золота, железа, меди, свинца, никеля, олова, цинка, алюминия, магния и сурьмы и помещают в мерную

колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Массовая концентрация каждого из перечисленных элементов в растворе составляет 100,0 мкг/см^3.

Предел абсолютной погрешности значения массовой концентрации каждого элемента в растворе составляет 0,5 мкг/ см^3.

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

Массовая концентрация каждого из перечисленных элементов в растворе составляет 10,00 мкг/см^3.

Предел абсолютной погрешности значения массовой концентрации каждого элемента в растворе составляет 0,07 мкг/ см^3.

7.3.2 Приготовление промежуточных растворов, содержащих серебро

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

Массовая концентрация серебра в растворе составляет 100,0 мкг/ см^3.

Предел абсолютной погрешности значения массовой концентрации раствора составляет 0,5 мкг/см^3.

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

Массовая концентрация серебра в растворе составляет 10,00 мкг/ см^3.

Предел абсолютной погрешности значения массовой концентрации раствора составляет 0,07 мкг/см^3.

7.3.3 Приготовление промежуточных растворов, содержащих кремний

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

Массовая концентрация кремния в растворе составляет 100,0 мкг/ см^3.

Предел абсолютной погрешности значения массовой концентрации раствора составляет 0,5 мкг/см^3.

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

Массовая концентрация кремния в растворе составляет 10,00 мкг/см^3.

Предел абсолютной погрешности значения массовой концентрации раствора составляет 0,07 мкг/см^3.

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

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

Массовая концентрация каждого из перечисленных элементов в растворе составляет 100,0 мкг/см^3.

Предел абсолютной погрешности значения массовой концентрации каждого элемента в растворе составляет 0,5 мкг/см^3.

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

Массовая концентрация каждого из перечисленных элементов в растворе составляет 10,00 мкг/см^3.

Предел абсолютной погрешности значения массовой концентрации каждого элемента в растворе составляет 0,07 мкг/см^3.

7.4 Требования к маркировке и условиям хранения основных и промежуточных растворов

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

Основные и промежуточные растворы хранят при комнатной температуре в посуде из пластика (полиэтилена, тефлона и др.) с крышками или пробками, обеспечивающими достаточную герметичность. Срок хранения основных растворов — 1 год. Срок хранения промежуточных растворов — не более 1 месяца при массовой концентрации элементов 100 мкг/см^3 и не более 5 дней при массовой концентрации элементов 10 мкг/см^3.

7.5 Приготовление образцов для градуировки

7.5.1 Для определения примесей в платине используют образцы для градуировки: растворы с массовой концентрацией определяемых элементов от 0,2 до 20 мкг/см^3 и платины 40 мг/см^3. Образцы для градуировки готовят из промежуточных растворов по 7.5.2 или из стандартных образцов состава платины по 7.5.3.

7.5.2 Приготовление образцов для градуировки из промежуточных растворов

Пипетками отбирают аликвотные части смесей А, А1, А2 и А3 или Б, Б1, Б2 и Б3 (таблица 3), помещают в мерные колбы вместимостью 25 см^3, прибавляют по 10 см^3 раствора, содержащего 100 мг/см^3 платины, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5), перемешивают и сразу переливают в пластиковые емкости с крышками или пробками, обеспечивающими достаточную герметичность.

Таблица 3 — Образцы для градуировки

Образец для градуировки	Промежуточные растворы	Вводимый объем каждого промежуточного раствора, см^3	Концентрация элементов, мкг/ см^3	Предел абсолютной погрешности значения концентрации элементов, мкг/см^3
Контрольный	—	—	0	—
1	Б, Б1, Б2, Б3	0,500	0,200	0,003
2	Б, Б1, Б2, Б3	1,25	0,500	0,004
3	Б, Б1, Б2, Б3	2,50	1,00	0,01
4	Б, Б1, Б2, Б3	5,00	2,00	0,02
5	А, А1, А2, А3	1,25	5,00	0,04
6	А, А1, А2, А3	2,50	10,00	0,07
7	А, А1, А2, А3	5,00	20,00	0,14

Готовят также контрольный образец для учета чистоты платины и реактивов, использованных для приготовления образцов для градуировки. Для этого 10 см^3 раствора, содержащего 100 мг/см^3 платины, помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5), перемешивают и сразу переливают в пластиковые емкости с крышками или пробками, обеспечивающими достаточную герметизацию.

Растворы 1 — 4 (таблица 3) готовят в день использования и хранят не более 2 дней, растворы 5 — 7 (таблица 3) хранят не более 5 дней при комнатной температуре.

7.5.3 Приготовление образцов для градуировки из стандартных образцов состава платины

Для градуировки выбирают два или более стандартных образцов состава платины таким образом, чтобы содержание каждого определяемого элемента — примеси в анализируемом образце находилось в пределах интервала между наименьшим и наибольшим значениями содержания этого элемента в стандартных образцах.

От каждого стандартного образца берут навеску 1,000 г и переводят ее в раствор по 8.1.2 — 8.1.4. Полученные растворы хранят не более 5 дней при комнатной температуре.

8 Проведение анализа

8.1 Отбор и подготовка проб

8.1.1 Отбор лабораторной пробы для анализа от слитка или порошка аффинированной платины проводят в соответствии с процедурой, описанной ГОСТ Р 52245. Лабораторную пробу платины в виде порошка или губки сушат в сушильном шкафу при температуре 105 °С —110 °С до постоянной массы.

8.1.2 От лабораторной пробы платины отбирают две навески по 1,000 г каждая. При анализе платины в виде порошка или губки переходят к 8.1.3. При анализе стружки платины навеску предварительно очищают от загрязнений на поверхности. Для этого навеску помещают в тефлоновый стакан вместимостью 50 — 100 см^3, прибавляют 20 см^3 соляной кислоты (1:1) и кипятят в течение 3 — 5 мин. Раствор сливают и промывают навеску 6-7 раз водой декантацией.

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

8.1.4 Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доводят до метки тем же раствором кислоты, перемешивают и сразу переносят в пластиковую банку и закрывают крышкой. Полученный раствор поступает на измерение.

8.1.5 Одновременно через все стадии подготовки проб к анализу проводят контрольный опыт на чистоту используемых реактивов. Для этого в двух тефлоновых стаканах вместимостью 50 — 100 см^3 проводят все процедуры по 8.1.3 в отсутствие навесок платины. Полученные растворы переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5), перемешивают, сразу переносят в пластиковую банку и закрывают крышкой. В результате получают два раствора контрольного опыта.

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

8.2 Проведение измерений

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

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

Таблица 4 — Длины волн аналитических линий

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

Допускается использование других аналитических линий при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 2.

8.2.2 Для построения градуировочных зависимостей используют образцы для градуировки, приготовленные по 7.5.2 или 7.5.3.

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

8.2.3 Если для получения градуировочных зависимостей используют образцы для градуировки, приготовленные по 7.5.2, вводят поправку на чистоту платины и реактивов, использованных для приготовления образцов для градуировки. Для этого из среднего значения интенсивности аналитической линии каждого элемента образца для градуировки вычитают среднее значение интенсивности аналитической линии того же элемента контрольного раствора. Допускается использовать другие способы учета чистоты используемых реактивов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 2.

8.2.4 Градуировочные зависимости получают в координатах: среднее значение интенсивности (с поправкой контрольного раствора) — массовая концентрация определяемого элемента в образце для градуировки (или массовая доля определяемого элемента в стандартном образце состава платины).

8.2.5 Вводят последовательно в плазму растворы контрольного опыта и анализируемых проб. Измеряют интенсивности аналитических линий определяемых элементов (за вычетом фона). Для каждого раствора выполняют три измерения и вычисляют среднее значение. С помощью градуировочной зависимости находят значение массовой концентрации элемента в растворе навески платины и в растворе контрольного опыта (если образцы для градуировки готовили по 7.5.2) или сразу массовую долю элемента — примеси в навеске платины (если образцы для градуировки готовили по 7.5.3).

9 Расчет результатов единичных определений, оценка их приемлемости и получение окончательного результата анализа

9.1 Массовую долю определяемого элемента в платине X в процентах вычисляют следующим образом.

9.1.1 Если растворы для градуировки готовили из стандартных образцов состава платины по 7.5.3, массовую долю определяемого элемента в платине получают непосредственно из градуировочной зависимости.

9.1.2 Если растворы для градуировки готовили из промежуточных растворов по 7.5.2, массовую долю определяемого элемента в платине X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C - C_{к.о})V}{M} 10^{-4}, \quad (1)$$

где C — концентрация определяемого элемента в анализируемом растворе, мкг/ см^3;

$C_{к.о}$ — среднее значение концентрации определяемого элемента в растворе контрольного опыта, мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора см^3;

M — навеска платины, г.

Среднее значение концентрации определяемого элемента в растворе контрольного опыта $C_{к.о}$ рассчитывают как среднеарифметическое значение результатов параллельных определений этого элемента в двух растворах контрольного опыта.

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

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

Если d_k превышает r, проводят еще два параллельных определения. Если при этом диапазон результатов четырех параллельных определений ($X_{макс}$ — $X_{мин}$) не превышает критический диапазон для $n = 4$, $CR_{0,95}(4)$, то в качестве результата анализа принимают среднеарифметическое значение результатов четырех параллельных определений.

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

$$CR_{0,95}(4) = f(4)s_r, \quad (2)$$

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

s_r — стандартное отклонение повторяемости.

Значения s_r приведены в таблице 2.

Если диапазон результатов четырех параллельных определений превышает $CR_{0,95}(4)$, в качестве окончательного результата анализа принимают медиану результатов четырех параллельных определений, если нормативными документами данного предприятия не предусмотрено иначе.

10 Контроль точности результатов анализа

10.1 Контроль промежуточной прецизионности и воспроизводимости

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

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

10.2 Контроль правильности

Контроль правильности проводят путем анализа стандартных образцов состава платины или образцов для градуировки, приготовленных по 7.5. Образцы, используемые для контроля правильности, не должны использоваться для получения градуировочных зависимостей.

При контроле правильности разность между результатом анализа и принятым опорным (аттестованным) значением содержания элемента — примеси в стандартном образце не должна превышать критическое значение K.

Критическое значение K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{ат}^2 + \Delta^2}, \qquad (3)$$

где $\Delta_{ат}$ — погрешность установления опорного (аттестованного) значения содержания элемента — примеси в стандартном образце;

Δ — предел абсолютной погрешности результата анализа (значения Δ приведены в таблице 2).

Библиография

[1] ТУ 6-09-1678—95 Фильтры обеззоленные «синяя лента»
[2] ТУ 6-09-03-462—78 Бария перекись особой чистоты
[3] ТУ 6-09-3677—74 Цирконий (IV) хлорокись

УДК 669.231:543.06:006.354 ОКС 39.060 В59

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

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 20.02.2006. Подписано в печать 10.03.2006. Формат 60×84 $^{1}/_{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86 . Уч.-изд. л. 1,40. Тираж 170 экз. Зак. 148. С 2548.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru