ГОСТ 851.4—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Методы определения меди

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Госстандартом Украины

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 3 от 17 февраля 1993 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 20 февраля 1996 г. № 75 межгосударственный стандарт ГОСТ 851.4—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 851.4—87

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Группа В59

ГОСТ 851.4—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Методы определения меди

Primary magnesium Methods for determination of copper

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 1997—01—01

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические (при массовой доле меди от 0,0003 % до 0,05 %) и атомно-абсорбционные (при массовой доле меди от 0,0005 % до 0,05 %) методы определения меди в первичном магнии.

При возникновении разногласий анализ проводят фотометрическим методом.

1 Общие требования

1.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086.

1.2 Массовую долю меди определяют из двух параллельных навесок.

1.3 При построении градуировочного графика каждую точку строят по среднему арифметическому результату трех определений оптической плотности или атомной абсорбции.

1.4 Допускаемые расхождения результатов анализа одной и той же пробы, полученных двумя методами, рассчитывают по ГОСТ 25086.

1.5 При оформлении результатов анализа делают ссылку на данный стандарт, указывают метод определения, а также метод и результаты контроля точности.

2 Фотометрический метод определения меди с применением 1,5-ди-(2-окси-4-нитрофенил)-3-ацетилформазана

2.1 Сущность метода

Метод основан на образовании растворимого в водно-ацетоновой среде окрашенного в синий цвет комплексного соединения меди с 1,5-ди-(2-окси-4-нитрофенил)-3-ацетилформазаном и последующем измерении оптической плотности раствора.

2.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр.

Электромагнитная мешалка.

Бумага индикаторная универсальная, pH 1:10 — по ТУ 6—09—1181.

Кислота соляная — по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1 и раствор с молярной концентрацией 0,5 моль/дм^3.

Кислота азотная — по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная — по ГОСТ 6552, раствор с молярной концентрацией 1 моль/дм^3.

гидроокись натрия — по ГОСТ 4328, раствор с массовой концентрацией 100 г/см^3.

Ацетон — по ГОСТ 2603.

Издание официальное

1,5-ди-(2-окси-4-нитрофенил)-3-ацетилформазан — по ТУ 6—09—07—1440, раствор с массовой концентрацией 0,25 г/дм³: 0,025 г 1,5-ди-(2-окси-4-нитрофенил)-3-ацетилформазана растворяют в 70—80 см³ ацетона при перемешивании с помощью электромагнитной мешалки, доливают до объема 100 см³ ацетоном и снова перемешивают.

Медь марки МО — по ГОСТ 859.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Вода бидистиллированная.

Стандартные растворы меди:

Раствор А: 1,0 г металлической меди растворяют в растворе азотной кислоты, удаляют оксиды азота кипячением, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают; годен к применению в течение 6 мес.

1 см³ раствора А содержит 1 мг меди.

Раствор Б: 2 см³ раствора А наливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,002 мг меди.

2.3 Проведение анализа

2.3.1 Навеску массой 0,5—2,0 г (таблица 1) помещают в стакан вместимостью 200 см³ и растворяют в 30—40 см³ раствора соляной кислоты (1:1), приливая его порциями по 2—3 см³. Растворение ведут вначале при комнатной температуре, а после окончания бурной реакции — при нагревании. После полного растворения навески раствор упаривают до густого сиропа. Раствор контрольного опыта упаривают досуха. Затем остаток растворяют в 10—20 см³ воды при нагревании, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора (см. таблицу 1) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, устанавливают pH 4—5 раствором гидроксида натрия по универсальной бумаге, добавляют 4 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 0,5 моль/дм³, 2 см³ раствора ортофосфорной кислоты, 30 см³ ацетона, 2 см³ раствора 1,5-ди-(2-окси-4-нитрофенил)-3-ацетилформазана, доливают водой до метки и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 640 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Масса навески, г	Аликвотная часть раствора , см³
От 0,0003 до 0,001 включ.	2,0	10
Св. 0,0010 » 0,004 »	2,0	5
» 0,0040 » 0,010 »	1,0	2
» 0,0100 » 0,050 »	0,5	2

2.3.2 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью 50 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,001; 0,002; 0,004; 0,008; 0,012; 0,016 мг меди. Раствор седьмой колбы является раствором контрольного опыта. В каждую колбу добавляют по 4 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 0,5 моль/см³ и далее поступают, как указано в 2.3.1.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4 Обработка результатов анализа

2.4.1 Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1}, \qquad (1)$$

где m_1 — масса меди в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем раствора пробы, см³;

m — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора пробы, см³.

2.4.2 Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d_2 — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной, но в разных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в таблице 2.

Таблица 2

Массовая доля меди, %	Характеристика погрешности определений, %		
	d_2	D	Δ
От 0,0003 до 0,001 включ.	0,00015	0,00020	0,00016
Св. 0,0010 » 0,003 »	0,00040	0,00060	0,00050
» 0,0030 » 0,010 »	0,00100	0,00150	0,00120
» 0,0100 » 0,030 »	0,00200	0,00300	0,00200
» 0,0300 » 0,050 »	0,00500	0,00700	0,00600

2.4.3 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по государственному стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор А.

3 Фотометрический метод определения меди с применением оксалилдигидразида

3.1 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в сиреневый цвет комплексного соединения меди с ацетальдегидроксалилгидразидом и последующем измерении оптической плотности раствора.

3.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический.

Кислота соляная — по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота азотная — по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Аммиак водный — по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Аммоний лимоннокислый — по ТУ 6—09—01—768, раствор с массовой концентрацией 400 г/дм^3.

Спирт этиловый — по ГОСТ 18300, раствор с массовой концентрацией 960 г/дм^3.

Нейтральный красный — по ТУ 6—09—07—1634, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3 в этиловом спирте.

Пара-нитрофенол — по ТУ 6—09—3973, раствор с массовой концентрацией 0,5 г/дм^3.

Аммоний хлористый — по ГОСТ 3773, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм^3.

Буферный раствор с pH 9,9 : 500 см^3 раствора хлористого аммония смешивают с 500 см^3 раствора аммиака.

Альдегид уксусный, раствор с массовой концентрацией 400 г/дм^3 : в мерную колбу емкостью 1000 см^3 помещают 500 см^3 воды, охлаждают до температуры 278—283 К, медленно приливают небольшими порциями из охлажденной ампулы 400 г уксусного альдегида, перемешивают и охлаждают колбу в воде со льдом. Доливают до метки водой и перемешивают. Все операции проводят в вытяжном шкафу.

Оксалилдигидразид — по ТУ 6—09—09—566, раствор с массовой концентрацией 2,5 г/дм^3 : 2,5 г оксалилдигидразида растворяют в воде, нагретой до температуры 313—323 К, охлаждают, доливают водой до 1000 см^3 и перемешивают.

Медь марки МО — по ГОСТ 859.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Стандартные растворы меди:

Раствор А: готовят по 2.2.

Раствор Б: 5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,005 мг меди.

3.3 Проведение анализа

3.3.1 Навеску массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, смачивают водой и растворяют в 15 см³ раствора соляной кислоты. После растворения навески добавляют 3—4 капли азотной кислоты и кипятят до удаления оксидов азота и излишней кислотности (примерно до объема 10 см³). Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ (при массовой доле меди до 0,003 %) или 100 см³ (при массовой доле меди свыше 0,003 %), доливают водой до метки и перемешивают. Аликвотную часть раствора, содержащую от 2,5 до 15 мкг меди, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 5 см³ раствора лимоннокислого аммония, 1 каплю раствора нейтрального красного или паранитрофенола. Нейтрализуют раствором аммиака до перехода окраски в желтый цвет, добавляют 5 см³ раствора уксусного альдегида, 10 см³ буферного раствора, 5 см³ раствора оксалилдигидразида, доливают водой до метки и перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 540 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.3.2 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью 50 см³ помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0025; 0,0050; 0,0075; 0,0100; 0,0125; 0,0150 мг меди. Раствор седьмой колбы является раствором контрольного опыта. В каждую колбу добавляют по 5 см³ раствора лимоннокислого аммония и далее поступают, как указано в 3.3.1.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4 Обработка результатов анализа

3.4.1 Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1}, \qquad (2)$$

где m_1 — масса меди в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем раствора пробы, см³;

m — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора пробы, см³.

3.4.2 Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d_2 — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в таблице 3.

Таблица 3

Массовая доля меди, %	Характеристика погрешности определений, %		
	d_2	D	Δ
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0003	0,0002
Св. 0,0010 » 0,0050 »	0,0004	0,0006	0,0005
» 0,0050 » 0,0100 »	0,0010	0,0015	0,0012

3.4.3 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по государственному стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор Б.

4 Фотометрический метод определения меди с применением 2,2'-бицинхониновой кислоты

4.1 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в красно-фиолетовый цвет комплексного соединения меди с 2,2′-бицинхониновокислым калием и последующем измерении оптической плотности раствора.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический.

Кислота соляная — по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Аммиак водный — по ГОСТ 3760, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

Гидроксиламин солянокислый — по ГОСТ 5456, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3.

Калий-натрий виннокислый — по ГОСТ 5845, раствор с массовой концентрацией 500 г/дм^3.

Калия гидроксид — по ТУ 6—09—50—5437, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм^3.

2,2′-бицинхониновая кислота — по ТУ 6—09—11—1203.

2,2′-бицинхониновокислый калий, раствор с массовой концентрацией 1 г/дм^3 : 0,1 г 2,2′-бицинхониновой кислоты растворяют в 100 см^3 раствора гидроокиси калия.

Кислота уксусная — по ГОСТ 61, раствор с молярной концентрацией 2 моль/дм^3.

Натрий уксуснокислый — по ГОСТ 199, раствор с молярной концентрацией 2 моль/дм^3.

Буферный раствор с pH 6: в мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают 33 см^3 раствора уксусной кислоты, доливают раствором уксуснокислого натрия до метки и перемешивают.

Медь марки МО — по ГОСТ 859.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Стандартные растворы меди:

Раствор А: готовят в соответствии с 2.2.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 0,01 мг меди.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3, смачивают водой и растворяют в 20 см^3 раствора соляной кислоты.

После полного растворения навески раствор упаривают до объема 10 см^3, охлаждают до комнатной температуры и переводят в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Затем добавляют 1 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина, 2 см^3 раствора виннокислого калия-натрия, нейтрализуют раствором аммиака по бумаге «конго», прибавляют 5 см^3 буферного раствора, 2 см^3 раствора 2,2′-бицинхониновокислого калия, доливают водой до метки и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 560 нм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

4.3.2 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью 50 см^3 помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 мг меди. Раствор шестой колбы является раствором контрольного опыта. Во все колбы добавляют по 1 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина, по 2 см^3 раствора виннокислого калия-натрия и далее поступают, как указано в 4.3.1.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По полученным значениям оптической плотности строят градуировочный график в соответствии с ГОСТ 25086.

4 Обработка результатов анализа

4.4.1 Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \qquad (3)$$

где m_1 — масса меди в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, г.

4.4.2 Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешностей определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений: (d_2 — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в таблице 4.

Таблица 4

Массовая доля меди, %	Характеристика погрешности определения, %		
	d_2	D	Δ
От 0,0010 до 0,0050 включ.	0,0005	0,0007	0,0006
Св. 0,0050 » 0,0100 »	0,0010	0,0015	0,0012

4.4.3 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по государственному стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор Б.

5 Атомно-абсорбционный метод определения меди при массовой доле от 0,0005 до 0,0025 %

5.1 Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции меди при длине волны 324,8 нм в электротермическом режиме атомизации.

Определение проводят методом стандартных добавок.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, оснащенный графитовым атомизатором с источником возбуждения спектральной линии меди.

Микрошприц вместимостью 2 мкм^3.

Аргон — по ГОСТ 10157.

Кислота азотная — по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1.

Кислота соляная — по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1 и 1:99.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Медь марки МО — по ГОСТ 859.

Вода бидистиллированная — по ГОСТ 6709.

Стандартные растворы меди:

Раствор А: 0,100 г меди растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты, приливают 10 см^3 раствора соляной кислоты (1:1) и кипятят в течение 10 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают; годен к применению в течение 6 мес.

1 см^3 раствора А содержит 0,1 мг меди.

Раствор Б: 5 см^3 раствора А наливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают раствором соляной кислоты (1:99) до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 5 мкг меди.

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Навески пробы массой по 0,5 г помещают в шесть стаканов вместимостью 300 см³, приливают 10 см³ воды, 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и ведут растворение вначале при комнатной температуре, а затем при нагревании на электроплите.

После полного растворения навесок в каждый стакан добавляют по 3—4 капли азотной кислоты и кипятят в течение 1—2 мин. Растворы охлаждают до комнатной температуры и переводят в мерные колбы вместимостью 50 см³.

В пять из шести мерных колб с растворами пробы добавляют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации добавленной меди 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 мкг/ см³.

Растворы во всех колбах доливают водой до метки и перемешивают.

Для приготовления раствора контрольного опыта в стакан вместимостью 300 см³ наливают 10 см³ воды, 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1), нагревают до кипения, прибавляют 3—4 капли азотной кислоты и кипятят в течение 1—2 мин. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Микрошприцем вводят в графитовую кювету последовательно раствор контрольного опыта, раствор пробы и в порядке возрастания концентрации меди растворы, содержащие добавки стандартного раствора меди. Измерение атомной абсорбции меди проводят в режиме:

тип атомизации — электротермический;
ток лампы, мА — 7,5;
длина волны, нм — 324,8;
ширина щели прибора, нм — 1,3;
температура сушки I стадии, К — 353—393;
II стадии, К — 393—473;
время сушки I стадии, с — 5;
II стадии, с — 5;
температура озоления I стадии, К — 473—873;
II стадии, К — 873—1273;
время озоления I стадии, с — 5;
II стадии, с — 5;
температура атомизации, К — 2823;
время атомизации, с — 5;
температура очистки, К — 2823;
время очистки, с — 2;
скорость аргона, см³/мин — 200.

На стадии атомизации подачу аргона прекращают.

Из значений атомной абсорбции растворов, содержащих добавки стандартного раствора меди, вычитают значение атомной абсорбции раствора пробы. По полученным значениям разности атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям добавленной меди в мкг/см³ строят градуировочный график, по которому находят массовую концентрацию меди в растворах контрольного опыта и пробы.

5.3.2 В том случае, когда прибор работает в автоматизированном режиме и проводится его градуировка, навески пробы массой по 0,5 г помещают в четыре стакана вместимостью 300 см³, приливают 10 см³ воды, 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и далее проводят растворение, как указано в 5.3.1. Растворы переводят в мерные колбы вместимостью 50 см³.

В три из четырех мерных колб с растворами пробы добавляют 0,5; 1,5; 2,5 см³ стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации добавленной меди 0,05; 0,15; 0,25 мкг/см³.

Растворы во всех колбах доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор контрольного опыта готовят, как указано в 5.3.1.

Микрошприцем вводят в графитовую кювету раствор пробы, затем, в порядке возрастания концентрации меди, растворы, содержащие добавки стандартного раствора меди, и проводят градуировку прибора.

Измерение атомной абсорбции меди проводят в режиме по 5.3.1.

Затем вводят в графитовую кювету растворы контрольного опыта и пробы и проводят измерение атомной абсорбции меди в режиме по 5.3.1.

После каждых 4—5 измерений атомной абсорбции очищают графитовую кювету: микрошприцем вводят в нее воду и проводят процесс атомизации в режиме по 5.3.1.

5.4 Обработка результатов анализа

5.4.1 Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C - C_0) \cdot 10^{-6} \cdot V \cdot 100}{m}, \qquad (4)$$

где C — массовая концентрация меди в растворе пробы, мкг/см³;

C_0 — массовая концентрация меди в растворе контрольного опыта, мкг/см³;

V — объем раствора пробы, см³.

m — масса навесок, г.

5.4.2. Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d_2 — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в таблице 5.

Таблица 5

Массовая доля меди, %	Характеристика погрешности определений, %		
	d_2	D	Δ
От 0,0005 до 0,0015 включ.	0,0002	0,0003	0,0002
Св. 0,0015 » 0,0025 »	0,0005	0,0008	0,0006

5.4.3 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по государственному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

6 Атомно-абсорбционный метод определения меди при массовой доле от 0,002 до 0,050 %

6.1 Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции меди в пламени ацетилен — воздух при длине волны 324,8 нм.

6.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источниками возбуждения спектральной линии меди и серебра (или молибдена).

Медь марки МО — по ГОСТ 859.

Ацетилен — по ГОСТ 5457.

Кислота азотная — по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1.

Кислота соляная — по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1 и 1:99.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Стандартные растворы меди:

Раствор А: готовят по 5.2.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают раствором соляной кислоты (1:99) до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг меди.

6.3 Проведение анализа

6.3.1 Навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, доливают 10 см³ воды, 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и далее проводят растворение, как указано в 5.3.1. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³.

Раствор контрольного опыта готовят, как указано в 5.3.1.

Растворы контрольного опыта и пробы распыляют в пламя ацетилен — воздух и измеряют атомную абсорбцию при длине волны 324,8 нм.

Перед измерением атомной абсорбции растворов пробы и контрольного опыта проводят построение градуировочного графика или градуировку прибора, если он работает в автоматизированном режиме.

6.3.2 Построение градуировочных графиков

При массовой доле меди от 0,002 до 0,010 % в пять из шести мерных колб вместимостью 50 см^3 помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации меди 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мкг/см^3.

Раствор шестой колбы является раствором контрольного опыта.

При массовой доле меди от 0,01 до 0,05 % в пять из шести мерных колб вместимостью 50 см^3 помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см^3 стандартного раствора А, что соответствует массовой концентрации меди 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мкг/см^3.

Раствор шестой колбы является раствором контрольного опыта.

Растворы во всех колбах доливают раствором соляной кислоты (1:99) до метки, перемешивают, распыляют в пламя ацетилен — воздух и измеряют атомную абсорбцию при длине волны 324,8 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям меди в мкг/см^3 строят градуировочные графики в соответствии с ГОСТ 25086.

6.3.3 Градуировка спектрофотометра

При массовой доле меди от 0,002 до 0,010 % в три из четырех мерных колб вместимостью 50 см^3 помещают 1,0; 3,0; 5,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации меди 0,2; 0,6; 1,0 мкг/см^3.

Раствор четвертой колбы является раствором контрольного опыта.

При массовой доле меди от 0,01 до 0,05 % в три из четырех мерных колб вместимостью 50 см^3 помещают 0,5; 1,5; 2,5 см^3 стандартного раствора А, что соответствует массовой концентрации меди 1,0; 3,0; 5,0 мкг/см^3. Раствор четвертой колбы является раствором контрольного опыта.

Растворы во всех колбах доливают раствором соляной кислоты (1:99) до метки, перемешивают, распыляют в пламя ацетилен — воздух в последовательности: раствор контрольного опыта и стандартные растворы в порядке возрастания концентрации меди и проводят градуировку прибора. Измерение атомной абсорбции проводят при длине волны 324,8 нм.

6.3.4 В том случае, когда прибор не проводит коррекцию фона, после измерения атомной абсорбции меди в растворах пробы и контрольного опыта заменяют источник возбуждения спектральной линии меди на источник возбуждения спектральной линии серебра или молибдена и распыляют растворы пробы и контрольного опыта в пламя ацетилен — воздух. Измерение атомной абсорбции проводят при длине волны 328 нм для серебра или 313 нм для молибдена. Полученные сигналы атомной абсорбции вычитают соответственно из значений атомной абсорбции меди в растворах пробы и контрольного опыта.

6.4 Обработка результатов анализа

6.4.1 Массовую долю меди (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C - C_0) \cdot 10^{-6} \cdot V \cdot 100}{m}, \qquad (5)$$

где C — массовая концентрация меди в растворе пробы, мкг/см^3;

C_0 — массовая концентрация меди в растворе контрольного опыта, мкг/см^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески, г.

6.4.2 Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d_2 — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в таблице 6.

Таблица 6

Массовая доля меди, %	Характеристика погрешности определений, %		
	d_2	D	Δ
От 0,002 до 0,006 включ.	0,0005	0,0008	0,0006
Св. 0,006 » 0,020 »	0,0015	0,0023	0,0020
» 0,020 » 0,050 »	0,0040	0,0060	0,0050

6.4.3 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по государственному стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор Б.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	2.2; 3.2; 4.2; 5.2; 6,2	ГОСТ 10157—79	5.2
ГОСТ 61—75	4.2	ГОСТ 11125—84	5.2; 6.2
ГОСТ 199—78	4.2	ГОСТ 14261—77	2.2; 5.2; 6.2
ГОСТ 859—2001	2.2; 3.2; 4.2; 5.2; 6.2	ГОСТ 18300—87	3.2
ГОСТ 2603—79	2.2	ГОСТ 25086—87	1.1; 1.4; 2.3.2; 2.4.3; 3.3.2;
ГОСТ 3118—77	3.2; 4.2		3.4.3; 4.3.2; 4.4.3; 5.4.3; 6.3.2;
ГОСТ 3760—79	3.2; 4.2		6.4.3
ГОСТ 3773—72	3.2	ТУ 6—09—01—768—89	3.2
ГОСТ 4328—77	2.2	ТУ 6—09—09—566—75	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2	ТУ 6—09—07—1440—84	2.2
ГОСТ 5456—79	4.2	ТУ 6—09—07—1634—87	3.2
ГОСТ 5457—75	6.2	ТУ 6—09—50—5437—88	4.2
ГОСТ 5845—79	4.2	ТУ 6—09—1181—89	2.2
ГОСТ 6552—80	2.2	ТУ 6—09—11—1203—79	4.2
ГОСТ 6709—72	5.2	ТУ 6—09—3973—75	3.2

gost.e-ecolog.ru