УДК 669.715:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

## Методы определения меди

Aluminium casting and deformable alloys. Methods for determination of copper

**ГОСТ 11739.13—82 (СТ СЭВ 1547—79)**

**Взамен ГОСТ 11739.13—78**

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 6 июля 1982 г. № 2603 срок введения установлен**

**с 01.07.83**

**Постановлением Госстандарта СССР от 03.12.87 № 4365 срок действия продлен до 01.07.93**

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает электрогравиметрический метод определения меди (при массовой доле меди от 0,3 до 10 %), фотометрические методы определения меди (при массовой доле меди от 0,0005 до 0,3 % и от 0,001 до 7 %) и атомно-абсорбционный метод (при массовой доле меди от 0,01 до 7 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1547—79.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—87.

## 2. ЭЛЕКТРОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

2.1. Сущность метода.

Метод основан на растворении сплава в смеси кислот, удалении двуокиси кремния и электролитическом выделении и взвешивании массы меди.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Электролизер.

Сетчатые платиновые электроды Фишера по ГОСТ 6563—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, плотностью 1,19 г/см³.

**Издание официальное** **Перепечатка воспрещена**

★

*Переиздание. Ноябрь 1989 г.*



gost.e-ecolog.ru

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,40 г/см³ и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, плотностью 1,84 г/см³, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, 40 %-ный раствор.

Смесь кислот: смешивают 700 см³ раствора серной кислоты и 300 см³ раствора азотной кислоты.

Гидразин сернокислый по ГОСТ 5841—74.

Спирт этиловый, 96 %-ный раствор.

2.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 2 г (при массовой доле меди менее 1 %) или 1 г (при массовой доле меди более 1 %) взвешивают в стакане вместимостью 800 см³ и растворяют в 40 см³ смеси кислот, добавляя ее небольшими порциями и 20 см³ соляной кислоты. Во время растворения стакан накрывают часовым стеклом и помещают в чашку с холодной водой. По окончании бурной реакции вынимают стакан из чашки, ополаскивают водой и слабо нагревают до полного растворения. Затем раствор упаривают до выделения густых паров серной кислоты и продолжают нагревание еще 30 мин. После охлаждения к содержимому стакана приливают 200 см³ горячей воды и нагревают до полного растворения солей. При необходимости фильтруют.

При массовой доле кремния более 1 % анализ проводят по п. 5.3.1.

Полученный раствор выпаривают примерно до 150 см³ и переносят в стакан вместимостью 200 см³. Добавляют 2 см³ раствора азотной кислоты и нагревают до кипения. К раствору добавляют 0,1—0,2 г сернокислого гидразина, охлаждают раствор до 70 °С, и выделяют медь из раствора на предварительно взвешенный платиновый сетчатый электрод, проводя электролиз при напряжении от 2 до 2,5 В и плотности тока 2 А/дм².

После обесцвечивания раствора в стакан доливают еще 20 см³ воды, погружают платиновый сетчатый электрод на несколько миллиметров глубже и производят электролиз в течение 10—15 мин. Если на свежепогруженной поверхности катода не выделяется медь, электролиз считается законченным. Затем, не выключая тока, вынимают катод из раствора, ополаскивают водой и после отключения тока промывают этиловым спиртом, а затем высушивают в течение 5—10 мин при температуре примерно 105 °С, охлаждают и взвешивают.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

где $m_1$ — масса платиновой сетки (катод) до электролиза, г;

$m_2$ — масса платиновой сетки (катод) после электролиза, г;

$m$ — масса навески сплава, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

| Массовая доля меди, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|---|---|
| От 0,3 до 0,5 | 0,02 |
| Св. 0,5 » 1,0 | 0,04 |
| » 1,0 » 2,0 | 0,06 |
| » 2,0 » 3,0 | 0,08 |
| » 3,0 » 4,0 | 0,12 |
| » 4,0 » 5,0 | 0,15 |
| » 5,0 » 6,0 | 0,18 |
| » 6,0 » 10,0 | 0,25 |

## 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении сплава в соляной кислоте и измерении оптической плотности цветного комплекса двухвалентной меди с купризоном в среде лимоннокислого аммония при длине волны 600 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, плотностью 1,19 г/см$^3$, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,40 г/см$^3$, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, плотностью 0,91 г/см$^3$.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69.

Аммоний лимоннокислый по ГОСТ 22280—76, раствор: 300 г лимонной кислоты растворяют примерно в 400 см$^3$ воды в стакане вместимостью 1000 см$^3$ и осторожно добавляют 420 см$^3$ аммиака. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

Спирт этиловый, 96 %-ный раствор и разбавленный 1:1.

Купризон, 0,5 %-ный раствор в растворе этилового спирта.

Индикатор нейтральный красный, 1 %-ный раствор в этиловом спирте.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30 %-ный раствор.

Алюминий хлористый по ГОСТ 3759—75.

Алюминий металлический, с содержанием меди не более 0,001 %.

Ртуть металлическая, дистиллированная.

Никель хлористый 6-водный по ГОСТ 4038—79, 0,2 %-ный раствор.

Раствор алюминия, 2 %-ный: 89,5 г хлористого алюминия растворяют примерно в 200 см³ воды и приливают 20 см³ раствора соляной кислоты. Раствор отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают, или:

10,0 г алюминия растворяют в 300 см³ раствора соляной кислоты в стакане вместимостью 500 см³. Для ускорения растворения добавляют каплю ртути или 1 см³ раствора хлористого никеля и затем несколько капель раствора перекиси водорода.

Далее избыток раствора перекиси водорода удаляют кипячением, раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Медь металлическая.

Стандартные растворы меди

Раствор А: 0,1000 г меди растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты. Раствор кипятят до удаления окислов азота и после охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг меди.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг меди.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску сплава массой 1 г (при массовой доле меди от 0,0005 до 0,001 %) и 0,5 г (при массовой доле меди свыше 0,001 %) помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 30 см³ раствора соляной кислоты, добавляя его небольшими порциями. Затем приливают 1 см³ раствора азотной кислоты, кипятят раствор до удаления окислов азота и охлаждают.

При массовой доле меди свыше 0,0005 до 0,03 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³.

При массовой доле меди свыше 0,03 до 0,30 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Из полученного раствора отбирают аликвотную часть 10 см³ в мерную колбу вместимостью 50 см³ и разбавляют водой до объема примерно 30 см³.

3.3.2. Одновременно с проведением анализа готовят раствор контрольного опыта согласно п. 3.3.1, используя вместо анализируемого сплава алюминий.

3.3.3. Для построения градуировочного графика в зависимости от содержания меди в сплаве готовят растворы:

3.3.3.1. При массовой доле меди от 0,0005 до 0,03 % в десять мерных колб вместимостью по 50 см³ каждая отмеряют по 25 см³ раствора алюминия, затем в девять из них 0,25; 0,35; 0,45; 0,50; 2,0; 4,0 и 7,0 см³ раствора Б, 1,0 и 1,5 см³ раствора А. В десятую колбу стандартный раствор не добавляют. Объем растворов разбавляют примерно до объема 30 см³.

3.3.3.2. При массовой доле меди от 0,03 до 0,2 % в семь мерных колб вместимостью по 50 см³ каждая отмеряют 3 см³ раствора алюминия, затем в шесть из них 1,5; 3,0 и 5,0 см³ раствора Б; 1,0; 1,5 и 2,0 см³ раствора А. В седьмую колбу стандартный раствор не добавляют. Растворы разбавляют примерно до 30 см³.

3.3.4. К растворам, находящимся в мерных колбах вместимостью по 50 см³, добавляют по 10 см³ раствора лимоннокислого аммония и две капли раствора индикатора нейтрального красного и при постоянном перемешивании — аммиак до перехода окраски в желтый цвет и еще в избыток 1 см³. Затем добавляют 5 см³ раствора купризона, доливают до метки водой и перемешивают. Через 30 мин после добавления купризона, но не позднее 60 мин, измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 600 нм.

Раствором сравнения служит вода.

Из оптической плотности раствора для построения градуировочного графика вычитают оптическую плотность такого же раствора, но без добавления раствора меди и по полученным результатам строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовая доля меди ($X_1$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

где $m_1$ — масса меди в аликвотной части раствора, найденная по градуировочному графику, г;

$m_2$ — масса меди в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

$V_1$ — общий объем анализируемого раствора, см³;

$V_2$ — объем аликвотной части анализируемого раствора, см³;

$m$ — масса навески сплава, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля меди, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|---|---|
| От 0,0005 до 0,001 | 0,0002 |
| Св. 0,001 » 0,005 | 0,0005 |
| » 0,005 » 0,01 | 0,001 |
| » 0,01 » 0,05 | 0,002 |
| » 0,05 » 0,30 | 0,01 |
| » 0,30 » 0,50 | 0,02 |
| » 0,50 » 1,00 | 0,04 |

## 4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

4.1. Сущность метода

Метод основан на реакции взаимодействия диэтилдитиокарбамата натрия с медью в аммиачной среде. При этом образуется осадок бурого цвета. В разбавленных растворах в присутствии желатина образуется коллоидный раствор, удобный для колориметрирования. Железо и алюминий в аммиачной среде удерживают в растворе прибавлением лимонной кислоты или ее солей.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, плотностью 1,12 г/см$^3$;

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,40 г/см$^3$.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652—69, 30 %-ный раствор.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, свежеприготовленный 0,5 %-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 25 %-ный раствор.

Натрия-N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, 0,5 %-ный раствор.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 5 %-ный раствор.

Стандартные растворы меди: раствор А, содержащий 0,001 г/см$^3$, раствор Б, содержащий 0,0001 г/см$^3$; раствор В, содержащий $1 \cdot 10^{-5}$ г/см$^3$, готовят из электролитной меди.

Для раствора А навеску электролитной меди массой 1 г, для раствора Б — 0,1 г, а для раствора В — 0,01 г растворяют в 30 см$^3$ азотной кислоты и переводят в мерные колбы вместимостью 1000 см$^3$.

Натрий лимоннокислый по ГОСТ 22280—76, 50 %-ный раствор.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску сплава согласно табл. 3 растворяют в 45 см$^3$ соляной кислотой плотностью 1,12 г/см$^3$ сначала на холоду, а потом при нагревании. По окончании растворения раствор окисляют не-

сколькими каплями азотной кислоты, кипятят 1—2 мин для удаления окислов азота и переводят в мерную колбу в соответствии с содержанием меди в сплаве согласно табл. 3.

Таблица 3

| Массовая доля меди в сплаве, % | Масса навески, г | Разведение, см³ | Аликвотная часть раствора, см³ |
|---|---|---|---|
| От 0,001 до 0,015 | 1,0 | 200 | — |
| Св. 0,015 » 0,15 | 1,0 | 250 | 50 |
| » 0,15 » 1,5 | 1,0 | 250 | 10 |
| » 1,5 » 7,0 | 0,1 | 250 | 5 |

В мерной колбе раствор разбавляют водой до метки, перемешивают и отбирают аликвотную часть в мерную колбу вместимостью 100 см³. В раствор приливают 15 см³ 30 %-ного раствора лимонной кислоты, 10 см³ желатина, 15 см³ раствора аммиака и 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия, если требуется воды до метки и тщательно перемешивают. В том случае, когда определяют тысячные доли процента меди в раствор, который находится в мерной колбе вместимостью 200 см³, добавляют 40 см³ 50 %-ного раствора лимоннокислого натрия, 10 см³ 5 %-ного раствора трилона Б, 20 см³ аммиака, 5 см³ раствора желатина и 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия. Содержимое колбы доводят до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют в фотоколориметре, пользуясь светофильтрами с длиной волны согласно табл. 4, в кювете с толщиной слоя 50 мм; при массовой доле меди от 1,0 до 7,0 % пользуются кюветой с толщиной слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

Таблица 4

| Массовая доля меди, % | Длина волны $\lambda_{max}$, нм |
|---|---|
| От 0,001 до 0,015 | 453 |
| Св. 0,015 » 0,15 | 530 |
| » 0,15 » 1,5 | 530 |
| » 1,5 » 7,0 | 400 |

4.3.2. Для определения меди от 0,001 до 7,0 % фотометрическим методом с диэтилдитиокарбаматом натрия строят четыре градуировочных графика. Берут серию навесок чистого алюминия массой 1 г, растворяют в соляной кислоте (1:1) и окисляют азотной. Переводят в мерные колбы вместимостью 250 см³. Для построения первого графика (при массовой доле меди от 0,001 до 0,015 %) в

мерные колбы вместимостью 200 см³ вводят 1—15 см³ стандартного раствора В с интервалом 1 см³. Прибавлять стандартный раствор необходимо медленно, из микробюретки. Для построения второго графика (при массовой доле меди от 0,01 до 0,15 %) в мерные колбы вместимостью 250 см³ вводят 1—15 см³ стандартного раствора Б с интервалом 1 см³, затем разбавляют водой до метки и тщательно перемешивают. Для построения третьего графика (при массовой доле меди от 0,1 до 1,0 %), поступают так же, как во втором случае, но в колбу вместимостью 250 см³ вводят 1—15 см³ стандартного раствора А. График для определения содержания меди от 1 до 7 % строят, исходя из массы навески сплава 0,1 г. В мерные колбы вместимостью 250 см³ вводят 1—7 см³ стандартного раствора А, с интервалом в 1 см³. Растворы со стандартными растворами меди проводят по ходу анализа, указанному в п. 4.3.1.

По полученным данным строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю меди находят по градуировочному графику.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 5.

Таблица 5

| Массовая доля меди, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|---|---|
| От 0,001 до 0,01 | 0,0002 |
| Св. 0,01 » 0,5 | 0,005 |
| » 0,5 » 1 | 0,045 |
| » 1 » 5 | 0,15 |
| » 5 » 7 | 0,2 |

## 5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДИ

5.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и перекиси водорода с последующим измерением атомной абсорбции меди при длине волны 324,7 нм в пламени ацетилен — воздух.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для меди.

Кислота соляная по ГОСТ 14261—77, плотностью 1,19 г/см³, разбавленная 1:1.

Водорода перекись, 30 %-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, плотностью 1,84 г/см³, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, 40 %-ный раствор.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, плотностью 1,40 г/см³, разбавленная 1:4.

Ртуть металлическая, дистиллированная.

Никель хлористый 6-водный по ГОСТ 4038—79, 0,2 %-ный раствор.

Алюминий металлический, с массовой долей меди менее 0,001 %.

Раствор алюминия, 2 %-ный: 10,0 г алюминиевой стружки помещают в стакан вместимостью 500 см³ и растворяют в 300 см³ раствора соляной кислоты. Для ускорения растворения добавляют каплю ртути или 1 см³ раствора хлористого никеля, затем несколько капель раствора перекиси водорода. Избыток перекиси водорода удаляют кипячением, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Медь металлическая.

Стандартные растворы меди

Раствор А: 1,0000 г меди растворяют в стакане вместимостью 250 см³ под часовым стеклом в 5 см³ раствора азотной кислоты. Раствор выпаривают до выпадения солей, затем растворяют в воде и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1,0 мг меди.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,1 мг меди.

Раствор В: 10 см³ раствора Б переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,01 мг меди.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в смеси 60 см³ раствора соляной кислоты и 2—3 капель раствора перекиси водорода, добавляя его по частям, и, при необходимости, раствор слегка подогревают. Во время растворения стакан накрывают часовым стеклом, а избыток перекиси водорода после растворения пробы удаляют кипячением.

Раствор фильтруют через фильтр средней плотности. При содержании кремния более 1 % фильтр вместе с содержимым озоляют в платиновом тигле, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре примерно 550 °С. После охлаждения добавляют 2 см³ раствора серной кислоты, 5 см³ раствора фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту до получения прозрачного раствора. Далее раствор выпаривают досуха и прокаливают в течение нескольких минут при 700 °С. После охлаждения остаток растворяют предпочтительно в растворе азотной кис-

лоты и, при необходимости, фильтруют и раствор присоединяют к основному фильтрату.

Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

В зависимости от содержания меди в сплаве разбавленные растворы, приготовленные согласно табл. 6, распыляют в пламя ацетилен—воздух.

Таблица 6

| Массовая доля меди, % | Объем анализируемого раствора, см³ | Объем аликвотной части, см³ | Разбавление аликвотной части, см³ | Объем разбавленного раствора, см³ |
|---|---|---|---|---|
| От 0,005 до 0,05 | 100 | — | — | 100 |
| Св. 0,05 » 0,50 | 100 | 10 | 100 | 1000 |
| » 0,50 » 5,0 | 100 | 10 | 250 | 2500 |
| » 5,0 » 7,0 | 100 | 10 | 500 | 5000 |

5.3.2. Раствор контрольного опыта готовят согласно п. 5.3.1, используя вместо анализируемого сплава алюминий.

5.3.3. Для построения градуировочного графика в зависимости от массовой доли меди в сплаве готовят растворы.

5.3.3.1. При массовой доле меди от 0,005 до 0,05 % в семь мерных колб по 100 см³ каждая отмеряют по 50 см³ раствора алюминия, а затем в шесть из них 5,0; 10,0; 20,0 см³ раствора В, 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 и 0,50 мг меди. В седьмую колбу стандартный раствор не добавляют. Колбы доливают до метки водой и перемешивают.

5.3.3.2. При массовой доле меди свыше 0,05 до 0,5 % в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ каждая отмеряют по 5 см³ раствора алюминия, а затем в шесть из них 5,0; 10,0; 20,0 см³ раствора В, 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 и 0,50 мг меди. В седьмую колбу стандартный раствор не добавляют. Колбы доливают до метки водой и перемешивают.

5.3.3.3. При массовой доле меди свыше 0,50 до 5,0 % в семь мерных колб вместимостью по 100 см³ каждая отбирают по 2 см³ раствора алюминия, а затем в шесть из них 2,0; 4,0; 7,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,2; 0,4; 0,7; 1,0; 1,5 и 2,0 мг меди. В седьмую колбу стандартный раствор не добавляют. Колбы доливают до метки водой и перемешивают.

5.3.3.4. При массовой доле меди свыше 5,0 до 7,0 % в шесть мерных колб вместимостью по 100 см³ каждая отбирают по 1 см³ раствора алюминия, а затем в пять из них 10,0; 11,0; 12,0; 13,0; 14,0 см³ раствора Б, что соответствует 1,0; 1,1; 1,2; 1,3; 1,4 мг меди. В шестую колбу стандартный раствор не добавляют. Колбы доливают до метки водой и перемешивают.

5.3.4. Включают прибор и оставляют до стабилизации. После соответствующей установки прибора при длине волны 324,7 нм в пламя распыляют растворы, приготовленные для построения градуировочного графика, затем раствор контрольного опыта и анализируемый раствор. После каждого измерения распыляют воду. По разнице значений интенсивности излучения раствора, приготовленного без добавления стандартного раствора меди и растворов с добавлением меди, строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

где $m_1$ — масса меди в аликвотной части раствора, найденная по градуировочному графику, г;

$m_2$ — масса меди в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

$V_1$ — объем разбавленного анализируемого раствора, см$^3$;

$V_2$ — объем растворов для построения градуировочных графиков, см$^3$;

$m$ — масса навески сплава, г.

5.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 7.

Таблица 7

| Массовая доля меди, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % | Массовая доля меди, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|---|---|---|---|
| От 0,01 до 0,05 | 0,002 | Св. 1,0 до 2,0 | 0,06 |
| Св. 0,05 » 0,15 | 0,005 | » 2,0 » 3,0 | 0,08 |
| » 0,15 » 0,30 | 0,01 | » 3,0 » 4,0 | 0,12 |
| » 0,30 » 0,50 | 0,02 | » 4,0 » 5,0 | 0,15 |
| » 0,50 » 1,0 | 0,04 | » 5,0 » 6,0 | 0,18 |
| | | » 6,0 » 7,0 | 0,21 |

gost.e-ecolog.ru