

МЕДЬ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Метод химико-атомно-эмиссионного анализа

Copper of high purity.
Method of chemical-atomic-emission analysis**ГОСТ****27981.2—88**

ОКСТУ 1709

Срок действия с **01.01.1990**
до **01.01.2000****Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает химико-атомно-эмиссионный метод определения примесей в меди высокой чистоты в диапазоне массовых долей $\times 10^{-4}$ %:

висмута от 0,01 до 1,0;
железа » 0,1 » 5,0;
кадмия » 0,003 » 1,0;
кобальта » 0,01 » 1,0;
кремния » 0,1 » 5,0;
марганца » 0,01 » 1,0;
хрома » 0,005 » 1,0;
олова » 0,01 » 1,0;
никеля » 0,01 » 1,0;
цинка » 0,5 » 10,0.

Метод заключается в растворении навески меди в смеси соляной кислоты и пероксида водорода, отделении меди от примесей экстракцией ди-2-этилгексилдитиофосфорной кислотой, получение концентрата примесей на графитовом порошке с носителем — хлористым натрием и анализе концентрата атомно-эмиссионным методом в дуге постоянного тока с фотографической регистрацией спектра.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности при выполнении анализов по ГОСТ 27981.0.

1.2. Массовую долю примесей в меди высокой чистоты определяют параллельно в трех навесках.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии типа ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения или спектрограф типа СТЭ-1.

Источник постоянного тока для питания дуги, обеспечивающий напряжение 200—400 В и силу тока до 12 А.

Спектропроектор.

Микрофотометр.

Электромеханический встряхиватель или аппарат для перемешивания жидкости, например, типа АВВ-4П.

Плитка электрическая.

Электropечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева 900—950 °С.

Весы аналитические лабораторные любого типа 2-го класса точности с погрешностью взвешивания по ГОСТ 24104.

Весы технические любого типа с погрешностью взвешивания по прилагаемому паспорту.

Весы торсионные любого типа с погрешностью взвешивания по прилагаемому паспорту.

Станок для заточки графитовых электродов.

Бокс из органического стекла типа 8БП-1-ОС для подготовки проб к спектральному анализу (или другого типа).

Бокс из органического стекла типа 2БП2-ОС для химической подготовки проб с очищенным через ткань Петрянова воздухом (или другого типа).

Приспособления из органического стекла для подготовки проб к спектральному анализу (подставки для графитовых электродов, шпатели, набивалки и др.).

Чаши платиновые по ГОСТ 6563.

Стекла покровные.

Ступка и пестик из органического стекла, или ступка агатовая, или ступки фарфоровые.

Стаканы фторопластовые с завинчивающимися или притертыми крышками вместимостью 20—25 см³.

Чаши выпарительные кварцевые, или фторопластовые, или фарфоровые вместимостью 25 и 100 см³.

Электроды графитовые, выточенные из графитовых стержней ОСЧ-7—3 диаметром 6 мм, заточенные на конус с углом при вершине 15° и с площадкой диаметром 1,5 мм на конце.

Электроды графитовые диаметром 6 мм с каналом глубиной 3 мм и диаметром 4 мм, выточенные из графитовых стержней ОСЧ-7—3.

Графит порошок по ГОСТ 23463 марки ОСЧ-7—3.

Порошок графитовый, полученный измельчением спектрально чистых графитовых электродов

Лампа инфракрасная.

Пластинки фотографические гнц 1 и тип 2, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий и близлежащего фона в спектре

Стаканы Н-1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1—1000 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн-2—2000 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронка делительная ВД-1—100 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка делительная ВД-3—2000 ХС по ГОСТ 25336.

Мензурки вместимостью 50 и 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Колбы мерные 2—100—2, 2—200—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 4—2—1, 4—2—2, 5—2—2, 6—2—5, 6—2—10 по ГОСТ 20292.

Проявитель:

метол (4-метиламинофенолсульфат) по ГОСТ 25664 — 2,2 г

натрий сернистокислый по ГОСТ 195 — 96 г

гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627 — 8,8 г

натрий углекислый по ГОСТ 83 — 48 г

калий бромистый по ГОСТ 4160 — 5 г

вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — до 1000 см³

Допускается применение контрастных проявителей другого состава

Фиксаж:

натрия тиосульфат кристаллический по ГОСТ 244 — 300 г

аммония хлористый по ГОСТ 3773 — 20 г

вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — до 1000 см³

Допускается применение фиксажных растворов другого состава.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125, разбавленная 1:1.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1, 1:2,5; 1:10

Пероксид водорода особой чистоты (стабилизированный продукт)

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор 40 г/дм³

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332

Калия гидроксид по ГОСТ 24363.

Гексан.

Кислота ди-2-этилгексилдитиофосфорная (ди-2-ЭГДТФК), очищенная

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Железо, полученное карбонильным способом, ОСЧ-6—2.

Висмут по ГОСТ 10928 марки Ви00.

Кадмий по ГОСТ 1467 марки Кд0.

Кобальт по ГОСТ 123 марки К0.
Кремния диоксид по ГОСТ 9428.
Марганец по ГОСТ 6008 марки Мр 00 или Мр 0.
Медь по ГОСТ 859 марки М0к.
Хром по ГОСТ 5905 марки Х00.
Никель по ГОСТ 849 марки Н0.
Цинк по ГОСТ 3640 марки Ц0.
Стандартные образцы состава меди.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление стандартных растворов элементов по п. 2.2.1 ГОСТ 27981.1.

3.2. Приготовление многоэлементных стандартных растворов

3.2.1. *Приготовление раствора 1*

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вводят 15 см³ соляной кислоты, по 2 см³ стандартных растворов А кадмия, кобальта и хрома, доводят водой до метки.

1 см³ раствора 1 содержит по 20 мкг кадмия, кобальта, хрома.

3.2.2. *Приготовление раствора 2*

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вводят 15 см³ соляной кислоты, 5 см³ раствора 1 и доводят водой до метки.

1 см³ раствора 2 содержит по 1 мкг кадмия, кобальта, хрома.

3.2.3. Приготовление и аттестация синтетической смеси по п. 2.2.3 ГОСТ

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

3.3.1. *Приготовление графитового порошка, содержащего 4 % хлористого натрия*

9,600 г графитового порошка помещают во фторопластовую (или из другого материала) чашу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора хлористого натрия и высушивают смесь сначала на плитке, а затем под инфракрасной лампой. Полученную смесь перемешивают в ступке в течение 1,5 ч. Хранят смесь в плотно закрытом фторопластовом (или из другого материала) стакане.

3.3.2. *Приготовление основного образца сравнения (ООС)*

Готовят основной образец сравнения с массовой долей каждой из определяемой примеси по 0,1 %: во фторопластовую (или из другого материала) чашу вместимостью 100 см³ помещают 9,880 г графитового порошка и приливают последовательно по 10 см³ стандартных растворов А железа, кадмия, кобальта, висмута, никеля, олова, марганца, хрома, цинка и 20 см³ стандартного раствора кремния. Выпаривание растворов примесей на гра-

фитовом порошке выполняют под ИК-лампой. Каждую последующую примесь вводят в хорошо высушенный графитовый порошок. По окончании выпаривания графитовый порошок, содержащий примеси, введенные в виде растворов, высушивают до постоянной массы и перемешивают в чаше, а затем в ступке в течение 1 ч.

3.3.3. 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 каждой из определяемой примеси в ОС (в процентах) и навески для получения каждого ОС приведены в табл. 1. Указанные навески помещают в ступку, тщательно перетирают в присутствии этилового спирта в течение 30 мин и высушивают под инфракрасной лампой.

Таблица 1

Образец сравнения	Массовая доля каждой определяемой примеси, %	Масса навески, г	
		графитового порошка с массовой долей хлористого натрия 4%	разбавляемого образца (указан в скобках)
ОС1	$1 \cdot 10^{-2}$	1,800	0,200 (ООС)
ОС2	$3 \cdot 10^{-3}$	1,400	0,600 (ОС1)
ОС3	$1 \cdot 10^{-3}$	1,333	0,667 (ОС2)
ОС4	$3 \cdot 10^{-4}$	1,400	0,600 (ОС3)
ОС5	$1 \cdot 10^{-4}$	1,333	0,667 (ОС4)
ОС6	$3 \cdot 10^{-5}$	1,400	0,600 (ОС5)
ОС7	$1 \cdot 10^{-5}$	1,333	0,667 (ОС6)
ОС8	$3 \cdot 10^{-6}$	1,400	0,600 (ОС7)
ОС9	$1 \cdot 10^{-6}$	1,333	0,667 (ОС8)

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

Все операции по приготовлению образцов сравнения проводят в боксе из органического стекла, тщательно протирая стенки этиловым спиртом. На одно определение расходуется 10 г спирта и 5 см² бязи.

3.4. Очистка технической ди-2-ЭГДФК по п. 2.2.5 ГОСТ 27981.1.

3.5. Установление объема раствора для стехиометрической экстракции

В делительную воронку вместимостью 100 см³ вводят 20 см³ стандартного раствора меди и 26 см³ раствора очищенной ди-2-ЭГДФК, проводят экстракцию меди в течение 15 мин, отделяют рафинат и определяют в нем содержание меди любым методом, например, атомно-абсорбционным в пламени ацетилен-воздух или

пропан-бутан-воздух. 1 см³ рафината должен содержать 0,01—0,08 мг меди. Если содержание меди больше, вновь проводят экстракцию, изменяя соответствующим образом (уменьшая или увеличивая) объем используемого экстрагента.

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

3.6. Растворение проб

Навеску анализируемой пробы меди массой 1,000 г помещают в стакан вместимостью 100 см³. Для удаления поверхностных загрязнений пробу обмывают один раз соляной кислотой, разбавленной 1:10, и дважды водой. Мерным цилиндром вместимостью 25 см³ в стакан наливают 12 см³ соляной кислоты, накрывают стакан стеклом и вводят под стекло при помощи пипетки 3—5 см³ 30 %-ного раствора пероксида водорода. Через 2—3 мин после завершения реакции добавляют еще 3—5 см³ пероксида. После полного растворения навески стакан ставят на плитку, содержащее его медленно доводят до кипения. Через 3—5 мин стакан с плитки снимают и охлаждают.

3.7. Отделение меди

Стекло со стакана убирают и раствор количественно переносят в делительную воронку вместимостью 100 см³, используя 5—7 см³ воды. В воронку вводят гексановый раствор ди-2-ЭГДФК в объеме, установленном в п. 3.5. Медь экстрагируют в течение 15—20 мин. Рафинат отделяют и переносят обратно в стакан. Органический слой отбрасывают, воронку промывают ацетоном, а затем бидистиллятом. Рафинат возвращают в воронку, добавляют к нему 20 см³ гексана и встряхивают в течение 3—5 мин для удаления остатков органических веществ.

Рафинат отделяют и переносят в чашку для выпаривания вместимостью 50 см³. Затем добавляют по 100 мг графитового порошка с массовой долей хлористого натрия 4 %-ного и осторожно выпаривают раствор под инфракрасной лампой при температуре 80—100°C.

Полученный сухой остаток представляет собой концентрат примесей, подвергаемый анализу.

3.8. Проведение контрольного опыта

В стакан вместимостью 100 см³ вводят мерным цилиндром 12 см³ соляной кислоты и 12 см³ 30 %-ного раствора пероксида водорода. Раствор нагревают на плитке до разложения пероксида и переносят при помощи 3—5 см³ воды в чашку для выпаривания вместимостью 50 см³. Далее — по п. 3.7.

Допускается проведение контрольного опыта с использованием стандартного образца состава меди, например, СО А1921Х (только для элементов, содержание которых в СО аттестовано). Для этого СО анализируют по методике.

3.9. Обжиг электродов

Для удаления поверхностных загрязнений электроды прокаливают в дуге постоянного тока при 12 А в течение 20 с. Очистке обжигом подвергают каждую пару электродов непосредственно перед анализом, включая в дугу электрод с каналом в качестве анода, а электрод, заточенный на конус, в качестве катода дуги.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

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

Таким образом получают: шесть электродов с концентратами пробы, три электрода с концентратами контрольного опыта и по два электрода с каждым из образцов сравнения (ОС1, ОС2, ... ОС9). Электрод с концентратом примесей или образцом сравнения служит анодом (нижний электрод). Катодом дуги является графитовый электрод, заточенный на конус. Между электродами зажигают дугу постоянного тока силой 10 А. Спектры фотографируют на спектрографе. Промежуточная диафрагма 5 мм. Ширина щели спектрографа 10 мкм. Время экспозиции (до полного выгорания натрия) — 30 с. Во время экспозиции расстояние между электродами поддерживают равным 3 мм. Используют фотопластинки спектральные: тип 1 для регистрации в области длин волн до 300 нм; тип 2 — для области длин волн 300—220 нм.

Экспонированную фотопластинку проявляют, промывают водой, фиксируют, промывают в проточной воде в течение 15 мин и сушат.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. В каждой спектрограмме фотометрируют почернения аналитической линии определяемого элемента S_n (табл. 2) и близлежащего фона S_ϕ (минимальное почернение рядом с аналитической линией определяемого элемента с любой стороны, но с одной и той же во всех спектрах, снятых на одной пластинке) и вычисляют разность почернений $\Delta S = S_n - S_\phi$. Для каждой из трех навесок рассчитывают ΔS_j ($j=1, 2, 3$) как среднее арифметическое из значений ΔS , полученных по двум спектрограммам $\Delta S_1 = \Delta S'_1 + \Delta S''_1 / 2$; $\Delta S_2 = \Delta S'_2 + \Delta S''_2 / 2$. По трем значениям ΔS_j ($j=1, 2, 3$), рассчитанным для каждого образца, находят среднее арифметическое $\bar{\Delta S} = \Delta S_1 + \Delta S_2 + \Delta S_3 / 3$. От полученных

средних значений $\overline{\Delta S}$ переходят к соответствующим значениям логарифмов относительной интенсивности $\lg I_{\lambda} / I_{\phi}$, в соответствии с приложением к ГОСТ 9717.3. По значениям $\lg C$ и $\lg I_{\lambda} / I_{\phi}$ для образцов сравнения строят градуировочный график в координатах ($\lg C - \lg I_{\lambda} / I_{\phi}$).

Таблица 2

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Массовая доля примеси, %	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Массовая доля примеси, %
Железо	259,9	$10^{-5} - 10^{-4}$	Марганец	280,1	$10^{-6} - 10^{-5}$
	238,2	$10^{-4} - 10^{-3}$		260,6	$10^{-5} - 10^{-4}$
Кадмий	228,8	$10^{-6} - 10^{-5}$	Хром	284,9	$10^{-6} - 10^{-5}$
	326,1	$10^{-5} - 10^{-4}$		267,8	$10^{-5} - 10^{-4}$
Кремний	253,2	$10^{-5} - 10^{-3}$	Цинк	334,5	$10^{-5} - 10^{-3}$
Кобальт	242,4	$10^{-6} - 10^{-5}$	Висмут	306,8	$10^{-5} - 10^{-4}$
	241,4	$10^{-5} - 10^{-4}$		289,8	$10^{-4} - 10^{-3}$
Олово	284,0	$10^{-5} - 10^{-4}$	Никель	305,1	$10^{-5} - 10^{-4}$
	317,5	$10^{-4} - 10^{-3}$		231,1	$10^{-4} - 10^{-3}$
Алюминий	236,7	$10^{-5} - 10^{-4}$	Магний	277,6	$10^{-5} - 10^{-4}$
	237,2	$10^{-4} - 10^{-3}$		278,3	$10^{-4} - 10^{-3}$

По значениям $\lg I_{\lambda} / I_{\phi}$ для концентратов анализируемой пробы находят по градуировочному графику значения усредненной массовой доли C_i определяемых примесей в концентратах пробы. Аналогично по значениям $\lg I_{\lambda} / I_{\phi}$ для концентратов контрольного опыта находят значение усредненной массовой доли C_{ki} определяемых примесей в концентратах контрольного опыта.

Массовую долю i -й примеси в анализируемой пробе в процентах (X_i) вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{m_1}{m_2} (C_i - C_{ki}), \quad (1)$$

где m_1 — масса навески графитового порошка с массовой долей хлористого натрия 4 %-ного (коллектора), г;

m_2 — масса навески образца меди, г;

C_i — значение усредненной массовой доли примеси в концентратах анализируемых проб, %;

C_{ki} — значение усредненной массовой доли примеси в концентрате контрольного опыта, %.

Величина C_{ki} не должна превышать установленный для метода нижний предел определяемых значений массовой доли приме-

ли. При невыполнении этого условия необходимо тщательно поэтапно очистить помещение, рабочие места, применяемую аппаратуру, поменять реактивы, материалы, затем повторить анализ.

Если контрольный опыт проводили с использованием стандартного образца состава меди, то массовую долю примеси в анализируемой пробе в процентах (X_i) вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{m_1}{m_2} \cdot (C_i - C_{ki} + C_{атт}), \quad (2)$$

где $C_{атт}$ — аттестованное значение массовой доли определяемого элемента в стандартном образце, %.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое из трех определений, каждое из которых получено двумя измерениями.

5.2. При контроле сходимости результатов параллельных определений из трех значений $\overline{\Delta S}_1, \overline{\Delta S}_2, \overline{\Delta S}_3$, полученных по двум спектрограммам каждое, снятых для трех навесок анализируемой пробы, выбирают наибольшее $(\overline{\Delta S})_б$ и наименьшее $(\overline{\Delta S})_м$ значения, переходят от них к значениям $(\lg I_{\lambda} / I_{ф})_б$ и $(\lg I_{\lambda} / I_{ф})_м$, используя приложение ГОСТ 9717.3 и находят соответствующие значения массовой доли примеси в пробе $X_б$ и $X_м$.

Отношение наибольшего из трех результатов параллельных определений $X_б$ к наименьшему $X_м$ с доверительной вероятностью $P=0,95$ не должно превышать значений допускаемых расхождений трех результатов параллельных определений.

Для нескольких значений массовой доли определяемого элемента допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений приведены в табл. 3.

Таблица 3

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Абсолютные допускаемые расхождения (отношение наибольшего к наименьшему) результатов, %	
		параллельных определений	анализов
Алюминий (магний)	$1,0 \cdot 10^{-5}$	3,9	2,6
	$3,0 \cdot 10^{-5}$	3,8	2,5
	$1,0 \cdot 10^{-4}$	3,5	2,1
	$3,0 \cdot 10^{-4}$	3,3	2,2
	$1,0 \cdot 10^{-3}$	3,0	2,0
Висмут	$1,0 \cdot 10^{-5}$	2,7	1,8
	$3,0 \cdot 10^{-5}$	2,6	1,8
	$1,0 \cdot 10^{-4}$	2,5	1,7
	$3,0 \cdot 10^{-4}$	2,0	1,4
	$1,0 \cdot 10^{-3}$	1,5	1,0

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Абсолютные допускаемые расхождения (отношение наибольшего к наименьшему) результатов, %	
		параллельных определении	анализов
Железо	$1,0 \cdot 10^{-5}$	4,0	2,7
	$3,0 \cdot 10^{-5}$	3,8	2,6
	$1,0 \cdot 10^{-4}$	3,6	2,4
	$3,0 \cdot 10^{-4}$	3,3	2,2
	$1,0 \cdot 10^{-3}$	3,0	2,0
Кадмий	$1,0 \cdot 10^{-6}$	2,6	1,8
	$3,0 \cdot 10^{-6}$	2,5	1,7
	$1,0 \cdot 10^{-5}$	2,4	1,6
	$3,0 \cdot 10^{-5}$	2,3	1,6
	$1,0 \cdot 10^{-4}$	2,2	1,5
Кобальт	$1,0 \cdot 10^{-6}$	2,9	2,0
	$3,0 \cdot 10^{-5}$	2,7	2,0
	$1,0 \cdot 10^{-5}$	2,8	1,9
	$3,0 \cdot 10^{-5}$	2,6	1,7
	$1,0 \cdot 10^{-4}$	2,4	1,6
Кремний	$1,0 \cdot 10^{-5}$	4,0	2,7
	$3,0 \cdot 10^{-5}$	3,8	2,6
	$1,0 \cdot 10^{-4}$	3,6	2,4
	$3,0 \cdot 10^{-4}$	3,3	2,2
	$1,0 \cdot 10^{-3}$	3,0	2,0
Марганец	$1,0 \cdot 10^{-6}$	3,6	2,4
	$3,0 \cdot 10^{-6}$	3,3	2,2
	$1,0 \cdot 10^{-5}$	3,0	2,0
	$3,0 \cdot 10^{-5}$	2,9	2,0
	$1,0 \cdot 10^{-4}$	2,8	1,9
Цинк	$1,0 \cdot 10^{-5}$	3,0	2,0
	$3,0 \cdot 10^{-5}$	2,9	2,0
	$1,0 \cdot 10^{-4}$	2,8	1,9
	$3,0 \cdot 10^{-4}$	2,6	1,8
	$1,0 \cdot 10^{-3}$	2,4	1,6
Никель	$1,0 \cdot 10^{-5}$	3,6	2,4
	$3,0 \cdot 10^{-5}$	3,0	2,0
	$1,0 \cdot 10^{-4}$	2,0	1,4
	$3,0 \cdot 10^{-4}$	1,9	1,3
	$1,0 \cdot 10^{-3}$	1,8	1,2
Олово	$1,0 \cdot 10^{-5}$	3,5	2,4
	$3,0 \cdot 10^{-5}$	3,0	2,0
	$1,0 \cdot 10^{-4}$	2,2	1,5
	$3,0 \cdot 10^{-4}$	2,1	1,5
	$1,0 \cdot 10^{-3}$	2,0	1,4

Продолжение табл. 3

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Абсолютные допускаемые расхождения (отношение наибольшего к наименьшему) результатов, %	
		параллельных определений	анализов
Хром	$1 \cdot 10^{-6}$	3,1	2,1
	$3 \cdot 10^{-6}$	3,1	2,1
	$1 \cdot 10^{-5}$	3,0	2,0
	$3 \cdot 10^{-5}$	2,9	2,0
	$1 \cdot 10^{-4}$	2,8	1,9

5.3. При сравнении двух результатов анализа, каждое из которых получено по трем параллельным определениям, отношение наибольшего к наименьшему результатов при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать значений допускаемого расхождения, приведенного в табл. 3.

Допускаемые расхождения для промежуточных значений массовой доли определяемого элемента рассчитывают методом линейной интерполяции.

5.4. Правильность результатов анализа контролируют, используя стандартные образцы состава меди или аттестованную смесь, в которой аттестованное значение массовой доли каждого из определяемых элементов отличается от массовой доли этого элемента в анализируемой пробе не более чем в 2 раза. Результат анализа считают правильным, если расхождение найденной массовой доли определяемого элемента и соответствующего аттестованного значения в стандартном образце не превышает допускаемых расхождений результатов анализа, приведенных в табл. 3.

Допускается применение метода добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ:

А. М. Копанев, Э. Н. Гильберт, Л. Н. Шабанова, И. Д. Денисова, Г. Л. Бухбиндер, Б. М. Рогов, Э. Н. Гадзалов, И. И. Лебедь

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.12.88 № 4443

3. Срок первой проверки— 1994 г. Периодичность проверки — 5 лет

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 83—79	2	ГОСТ 6709—77	2
ГОСТ 123—78	2	ГОСТ 9428—73	2
ГОСТ 195—77	2	ГОСТ 10928—75	2
ГОСТ 244—76	2	ГОСТ 11125—84	2
ГОСТ 849—70	2	ГОСТ 14261—77	2
ГОСТ 859—78	2	ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 1467—77	2	ГОСТ 19627—74	2
ГОСТ 1770—74	2	ГОСТ 20292—74	2
ГОСТ 2603—79	2	ГОСТ 23463—79	2
ГОСТ 3640—79	2	ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 3773—72	2	ГОСТ 24363—80	2
ГОСТ 4160—74	2	ГОСТ 25086—87	5.4
ГОСТ 4233—77	2	ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 4332—76	2	ГОСТ 25664—83	2
ГОСТ 5905—79	2	ГОСТ 27981.0—88	1.1
ГОСТ 6008—82	2	ГОСТ 27981.1—88	3.1, 3.4
ГОСТ 6563—75	2		