ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52521— 2006

Платина

МЕТОД АТОМНО-ЭМИССИОННОГО АНАЛИЗА С ИСКРОВЫМ ВОЗБУЖДЕНИЕМ СПЕКТРА

Издание официальное

БЗ 9—2004/118

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), 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. № 4-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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 2
3 Термины и определения 2
4 Точность (правильность и прецизионность) метода 2
4.1 Показатели точности метода 2
4.2 Правильность 3
4.3 Прецизионность 3
5 Требования 3
5.1 Общие требования и требования безопасности 3
5.2 Требования к квалификации исполнителей 3
6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы 3
7 Отбор проб 4
8 Подготовка к проведению измерений 4
9 Проведение измерений 5
10 Оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа 5
11 Контроль точности результатов анализа 6
11.1 Контроль промежуточной прецизионности и воспроизводимости 6
11.2 Контроль правильности 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Платина

МЕТОД АТОМНО-ЭМИССИОННОГО АНАЛИЗА С ИСКРОВЫМ ВОЗБУЖДЕНИЕМ СПЕКТРА

Platinum. Method of spark 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 искровым возбуждением спектра) метод определения содержания примесей: алюминия, висмута, вольфрама, германия, золота, железа, иридия, кадмия, кальция, кобальта, кремния, магния, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, олова, осмия, палладия, родия, рутения, свинца, селена, серебра, сурьмы, теллура, титана, 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	0,0005—0,0200	Никель	0,0001—0,0200
Висмут	0,0003—0,0100	Олово	0,0003—0,0100
Вольфрам	0,0010—0,0300	Осмий	0,0003—0,0200
Германий	0,0001—0,0030	Палладий	0,0005—0,0300
Золото	0,0005—0,0300	Родий	0,0003—0,0500
Железо	0,0010—0,0300	Рутений	0,0003—0,0200
Иридий	0,0003—0,0500	Свинец	0,0003—0,0200
Кадмий	0,0001—0,0050	Селен	0,0003—0,0030
Кальций	0,0003—0,0200	Серебро	0,0005—0,0100
Кобальт	0,0001—0,0100	Сурьма	0,0010—0,0200
Кремний	0,0010—0,0200	Теллур	0,0020—0,0100
Магний	0,0005—0,0100	Титан	0,0003—0,0050
Марганец	0,0001—0,0200	Хром	0,0003—0,0100
Медь	0,0001—0,0200	Цинк	0,0003—0,0100
Молибден	0,0001—0,0050	Цирконий	0,0003—0,0100
Мышьяк	0,0010—0,0050		

Метод анализа основан на испарении и возбуждении атомов пробы в искровом разряде, фотоэлектрической регистрации спектра и измерении интенсивности аналитических линий определяемых элементов и фона. Связь интенсивности линии с содержанием элемента в пробе устанавливают с помощью градуировочной зависимости по стандартным образцам состава платины.

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 52245—2004 Платина аффинированная. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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 определяют с вероятностью $P = 0{,}95$), стандартные отклонения повторяемости и промежуточной прецизионности, значения критического диапазона $CR_{0,95}(5)$, 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)	Критический диапазон $CR_{0,95}(5)$ (массовая доля)	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $s_{I(TO)}$ (массовая доля)	Предел промежуточной прецизионности $I(TO)$ (массовая доля)	Предел воспроизводимости R (массовая доля)
0,00010	0,00006	0,00002	0,00006	0,000025	0,00007	0,00009
0,00030	0,00014	0,00004	0,00017	0,00005	0,00015	0,0002
0,0005	0,00028	0,00008	0,0003	0,000011	0,0003	0,0004
0,0010	0,0006	0,0001	0,0005	0,00022	0,0006	0,0008

Окончание таблицы 2

В процентах

Уровень содержания определяемых элементов (массовая доля)	Предел абсолютной погрешности ± Δ (массовая доля)	Стандартное отклонение повторяемости s_r (массовая доля)	Критический диапазон $CR_{0,95}(5)$ (массовая доля)	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $s_{I(TO)}$ (массовая доля)	Предел промежуточной прецизионности $I(TO)$ (массовая доля)	Предел воспроизводимости R (массовая доля)
0,0030	0,0011	0,0003	0,0012	0,0004	0,0012	0,0016
0,0050	0,0016	0,0005	0,0021	0,0006	0,0018	0,0023
0,010	0,0028	0,0010	0,004	0,0011	0,003	0,004
0,020	0,006	0,0018	0,007	0,0022	0,006	0,008
0,030	0,008	0,0021	0,008	0,0032	0,009	0,012
0,050	0,011	0,0026	0,010	0,004	0,012	0,016
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 α = 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 пяти определений, полученных для одной и той же пробы одним оператором с использованием одного и того же оборудования в пределах кратчайшего из возможных интервалов времени, может превышать указанный в таблице 2 критический диапазон $CR_{0,95}(5)$ для n = 5 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 проб одного и того же материала, полученные двумя лабораториями в соответствии с разделами 6, 7, 8, 9 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 их 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

Оптический эмиссионный спектрометр с искровым источником возбуждения спектра и рабочим диапазоном длин волн 120—700 нм.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,01 г.

Фрезерный станок.

Пресс и пресс-форма.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Лоскут ткани типа бязи.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261.

Стаканы стеклянные вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

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

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

7 Отбор проб

7.1 Отбор лабораторной пробы для анализа от слитков или порошка аффинированной платины проводят в соответствии с ГОСТ Р 52245.

7.2 Пробы поступают на анализ в виде слитков, стержней, пластин, ленты, стружки и порошка.

7.3 Требования к размерам и массе проб определяются в зависимости от используемого спектрометра.

7.4 Поверхность стержней и пластин должна быть плоской и обработанной резанием или шлифовкой, поверхность ленты должна быть гладкой и без отслоений.

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Пробы в виде слитков, стержней, пластин протирают тканью, смоченной спиртом.

8.2 Пробы в виде ленты, стружки кипятят в соляной кислоте в течение 3—5 мин для удаления поверхностных загрязнений. Полученный раствор сливают, пробы промывают 6-7 раз дистиллированной водой декантацией и высушивают на воздухе. От пробы в виде стружки или порошка отбирают навеску 30 г и прессуют усилием 500 кН в таблетку.

8.3 Спектрометр подготавливают к работе согласно инструкции по эксплуатации прибора. Проводят продувку системы аргоном в течение 3 с.

Рекомендуемые режимы работы спектрометра:

частота, Гц 300

емкость, мкФ. . . . . 2—5

индуктивность, мкГн. 130

время интегрирования, с 10

Длины волн аналитических линий, рекомендуемые для выполнения анализа, приведены в таблице 3. Фон рекомендуется измерять на длине волны 310,50 или 200,86 нм.

Таблица 3 — Длины волн аналитических линий

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм
Алюминий	396,153	Кадмий	228,802
Висмут	306,772	Кальций	422,673
Вольфрам	400,875	Кобальт	345,351
Германий	607,812	Кремний	288,160
Золото	267,595	Магний	285,213
Железо	259,940	Марганец	403,499
Иридий	351,365	Медь	324,754

Окончание таблицы 3

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм
Молибден	386,411	Селен	196,090
Мышьяк	189,042	Серебро	338,289
Никель	361,939	Сурьма	206,838
Олово	175,790	Теллур	214,275
Осмий	581,812	Титан	498,173
Палладий	340,458	Хром	425,435
Родий	343,489	Цинк	213,856
Рутений	349,894	Цирконий	343,823
Свинец	405,782		

Примечание — Допускается использование других режимов работы и аналитических линий при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 2.

9 Проведение измерений

9.1 Для получения градуировочной зависимости последовательно закрепляют в ячейке искрового разряда стандартные образцы состава платины и проводят измерение интенсивности аналитических линий определяемых элементов и фона. Для градуировки выбирают два или более стандартных образцов состава платины таким образом, чтобы содержание каждого определяемого элемента — примеси в анализируемой пробе находилось внутри интервала между наибольшим и наименьшим значениями содержаний этого элемента в стандартных образцах. Для каждого стандартного образца выполняют измерения в пяти различных точках поверхности. Перед измерением в каждой точке проводят обыскривание поверхности в течение 20 с.

9.2 Градуировочные зависимости получают в координатах: среднее значение интенсивности аналитических линий определяемых элементов (за вычетом фона) для пяти точек поверхности образца — массовая доля определяемого элемента в стандартном образце.

9.3 Измеряют интенсивности аналитических линий определяемых элементов и фона в пяти точках поверхности анализируемой пробы по 7.1.

9.4 С помощью градуировочных зависимостей находят пять параллельных значений массовой доли каждого определяемого элемента в анализируемой пробе.

10 Оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа

Приемлемость результатов параллельных определений оценивают в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 путем сопоставления диапазона этих результатов ($X_{макс} - X_{мин}$) с критическим диапазоном $CR_{0,95}(n)$. Критический диапазон $CR_{0,95}(n)$ рассчитывают по формуле

$$CR_{0,95}(n) = f(n)s_r, \quad (1)$$

где $f(n)$ — коэффициент критического диапазона, где

n — число параллельных определений;

s_r — стандартное отклонение повторяемости.

Значения s_r и $f(n)$ приведены в таблицах 2 и 4 соответственно.

Таблица 4 — Коэффициенты критического диапазона $f(n)$

n	$f(n)$
5	3,9
10	4,5

Если диапазон результатов пяти параллельных определений ($X_{макс}$ — $X_{мин}$) не превышает критический диапазон $CR_{0,95}(5)$, все результаты признают приемлемыми и за окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов пяти параллельных определений.

Если диапазон результатов пяти параллельных определений превышает $CR_{0,95}(5)$, проводят еще пять параллельных определений.

Если для полученных десяти параллельных определений значение ($X_{макс}$ — $X_{мин}$) не превышает критический диапазон $CR_{0,95}(10)$, то в качестве окончательного результата анализа принимают среднеарифметическое значение результатов десяти параллельных определений. В противном случае в качестве окончательного результата анализа принимают медиану результатов десяти параллельных определений.

11 Контроль точности результатов анализа

11.1 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.

11.2 Контроль правильности

Контроль правильности проводят путем анализа стандартных образцов состава платины. 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

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

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

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

УДК 669.231:543.06:006.354 ОКС 39.060 В59

Ключевые слова: аффинированная платина, платина в слитках, платина в порошке, методы анализа, примеси, атомно-эмиссионный метод анализа, искровое возбуждение спектра, искровой разряд, стандартные образцы состава платины, 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 *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

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. 1,40. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 160 экз. Зак. 150. С 2553.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.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