ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52951— 2008

Палладий

МЕТОДЫ АТОМНО-ЭМИССИОННОГО АНАЛИЗА С ДУГОВЫМ ВОЗБУЖДЕНИЕМ СПЕКТРА

Издание официальное

БЗ 1—2008/489

Москва
Стандартинформ
2009

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 «Красноярский завод цветных металлов имени В.Н. Гулидова» (ОАО «Красцветмет»), ОАО «Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК102 «Платиновые металлы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 августа 2008 г. № 175-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, 2008

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 Сущность методов . . . 1
3 Нормативные ссылки . . . 1
4 Термины и определения . . . 2
5 Спектрографический метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением спектра . . . 2
5.1 Точность (правильность и прецизионность) . . . 3
5.2 Требования . . . 4
5.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы . . . 4
5.4 Отбор и подготовка проб . . . 4
5.5 Подготовка оборудования к проведению измерений . . . 5
5.6 Проведение измерений . . . 6
5.7 Оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа . . . 7
5.8 Контроль точности результатов анализа . . . 7
6 Спектрометрический метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением спектра . . . 7
6.1 Точность (правильность и прецизионность) . . . 8
6.2 Требования . . . 9
6.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы . . . 9
6.4 Отбор и подготовка проб . . . 9
6.5 Подготовка оборудования к проведению измерений . . . 10
6.6 Проведение измерений . . . 10
6.7 Оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа . . . 11
6.8 Контроль точности результатов анализа . . . 12
Приложение А (справочное) Таблица значений lg ($I_n/I_ф$), соответствующих измеренным значениям $\Delta S/\gamma$ . . . 13
Библиография . . . 15

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Палладий

МЕТОДЫ АТОМНО-ЭМИССИОННОГО АНАЛИЗА С ДУГОВЫМ ВОЗБУЖДЕНИЕМ СПЕКТРА

Palladium
Methods of arc atomic-emission analysis

Дата введения — 2009—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на аффинированный палладий в слитках и порошке с массовой долей палладия не менее 99,8 %, предназначенный для производства сплавов, полуфабрикатов, химических соединений палладия.

Химический состав аффинированного палладия в слитках и порошках соответствует требованиям ГОСТ Р 52244.

Стандарт устанавливает спектрографический метод атомно-эмиссионного анализа (с дуговым возбуждением спектра) для определения массовой доли примесей: алюминия, железа, золота, иридия, кальция, кобальта, кремния, магния, марганца, меди, никеля, олова, осмия, платины, родия, рутения, свинца, серебра, сурьмы, теллура, хрома, цинка и спектрометрический метод атомно-эмиссионного анализа (с дуговым возбуждением спектра) для определения массовой доли примесей: алюминия, висмута, железа, золота, иридия, кальция, кобальта, кремния, магния, марганца, меди, никеля, олова, осмия, платины, рения, родия, рутения, свинца, серебра, сурьмы, теллура, титана, хрома и цинка в аффинированном палладии.

2 Сущность методов

Методы анализа основаны на испарении и возбуждении атомов пробы в дуговом разряде, измерении интенсивности излучения атомов определяемых элементов-примесей и последующем определении массовой доли этих элементов с помощью градуировочных зависимостей, полученных по стандартным образцам состава палладия.

3 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

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

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

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

ГОСТ Р 52244—2004 Палладий аффинированный. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ Р 52599—2006 Драгоценные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. 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 лабораторные стеклянные. 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 стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

4 Термины и определения

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

5 Спектрографический метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением спектра

При спектрографическом методе используют фотографическую регистрацию эмиссионных спектров.

Настоящий метод позволяет определить массовую долю элементов-примесей в диапазонах, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 — Диапазоны измерений массовых долей определяемых элементов

В процентах

Наименование определяемого элемента	Диапазон измерений массовой доли	
	Постоянный ток	Переменный ток
Алюминий	От 0,0005 до 0,0040 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Железо	От 0,0005 до 0,0040 включ.	От 0,0020 до 0,050 включ.
Золото	От 0,0005 до 0,0040 включ.	От 0,0010 до 0,050 включ.
Иридий	От 0,0010 до 0,020 включ.	От 0,0020 до 0,10 включ.
Кальций	От 0,0005 до 0,010 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Кобальт	От 0,0010 до 0,020 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Кремний	От 0,0005 до 0,0040 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Магний	От 0,0005 до 0,0040 включ.	От 0,0010 до 0,010 включ.
Марганец	От 0,0005 до 0,010 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Медь	От 0,0005 до 0,0010 включ.	От 0,0010 до 0,010 включ.
Никель	От 0,0005 до 0,0040 включ.	От 0,0010 до 0,010 включ.
Олово	От 0,0005 до 0,0040 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Осмий	От 0,0010 до 0,010 включ.	От 0,0020 до 0,010 включ.
Платина	От 0,0010 до 0,020 включ.	От 0,0020 до 0,10 включ.
Родий	От 0,0010 до 0,020 включ.	От 0,0020 до 0,10 включ.
Рутений	От 0,0010 до 0,0040 включ.	От 0,0020 до 0,10 включ.
Свинец	От 0,0005 до 0,020 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.

Окончание таблицы 1

Наименование определяемого элемента	Диапазоны измерений массовых долей	
	Постоянный ток	Переменный ток
Серебро	От 0,0005 до 0,0010 включ.	От 0,0005 до 0,010 включ.
Сурьма	От 0,0005 до 0,020 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Теллур	От 0,0005 до 0,020 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Хром	От 0,0010 до 0,020 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Цинк	От 0,0005 до 0,010 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.

5.1 Точность (правильность и прецизионность)

5.1.1 Показатели точности метода

Показатели точности метода: границы интервала, в котором с вероятностью $P = 0,95$ находится абсолютная погрешность результатов анализа (приписанная погрешность) Δ, стандартные отклонения повторяемости S_r и промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$, значения критического диапазона $CR_{0,95}(4)$, предела промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$ 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 массовых долей определяемых элементов	Границы интервала абсолютной погрешности $\pm \Delta$	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Критический диапазон $CR_{0,95}(4)$	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$	Предел промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$	Предел воспроизводимости R
0,0005	0,0004	0,0002	0,0007	0,0002	0,0006	0,0007
0,0008	0,0006	0,0003	0,0010	0,0003	0,0008	0,0010
0,0010	0,0011	0,0004	0,0014	0,0005	0,0015	0,0018
0,0020	0,0029	0,0008	0,0030	0,0015	0,0042	0,0050
0,0030	0,0035	0,0011	0,0040	0,0018	0,0050	0,0060
0,0050	0,0047	0,0017	0,0060	0,0024	0,0067	0,0080
0,010	0,007	0,002	0,007	0,004	0,010	0,012
0,020	0,011	0,003	0,010	0,005	0,015	0,018
0,030	0,013	0,003	0,012	0,007	0,019	0,023
0,050	0,017	0,004	0,015	0,008	0,023	0,028
0,08	0,02	0,007	0,02	0,011	0,03	0,04
0,10	0,02	0,008	0,03	0,012	0,03	0,04

Для промежуточных значений массовых долей значения показателей точности находят методом линейной интерполяции по формуле

$$A_X = A_н + (X - C_н)\frac{A_в - A_н}{C_в - C_н}, \quad (1)$$

где X — результат анализа;

$C_н, C_в$ — нижняя и верхняя границы поддиапазона массовых долей, в котором находится результат анализа;

$A_н, A_в$ — значения показателя точности, соответствующие нижней и верхней границам поддиапазона массовых долей, в котором находится результат анализа;

A_X — значение показателя точности для результата анализа X.

5.1.2 Правильность

Для оценки систематической погрешности данного метода определения элементов-примесей в палладии используют в качестве опорных значений аттестованные значения массовых долей элементов в государственных стандартных образцах состава палладия ГСО 7615—99 (комплект Пд-36), ГСО 7331—96 (комплект Пд-28) 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 палладии на всех уровнях определяемых содержаний.

5.1.3 Прецизионность

5.1.3.1 Диапазон результатов четырех 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 $CR_{0,95}(4)$ для $n = 4$ по ГОСТ Р ИСО 5725-6 в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при правильном использовании метода.

5.1.3.2 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 $R_{i(TO)}$ по ГОСТ Р ИСО 5725-3 в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при правильном использовании метода.

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

5.2 Требования

5.2.1 Общие требования и требования безопасности

Общие требования к методу анализа, требования к обеспечению безопасности выполняемых работ и обеспечению экологической безопасности — по ГОСТ Р 52599.

5.2.2 Требования к квалификации исполнителей

К выполнению анализа допускаются лица не моложе 18 лет, обученные в установленном порядке и допущенные к самостоятельной работе на используемом оборудовании.

5.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Спектрограф дифракционный с трехлинзовой системой конденсоров, предназначенный для получения спектров в диапазоне 240—350 нм, с обратной линейной дисперсией 0,6—0,7 нм/мм.

Генератор дуги постоянного или переменного тока силой до 15 А.

Микроденситометр, предназначенный для измерения оптической плотности (почернения) спектральных линий.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,005 г.

Электроды графитовые по [1] диаметром 6 мм с кратером глубиной 1—3 мм и диаметром 4 мм.

Электроды графитовые по [1] диаметром 6 мм, заточенные на полусферу или усеченный конус.

Фотопластинки спектральные, обеспечивающие нормальное почернение в спектральном диапазоне 240—350 нм.

Проявитель контрастный и фиксаж для фотопластинок.

Плита электрическая с закрытой спиралью.

Стаканы химические термостойкие по ГОСТ 25336.

Кислота соляная о.с.ч. по ГОСТ 14261.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Образцы для градуировки (образцы палладия с ранее установленными значениями массовых долей элементов-примесей).

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

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

5.4 Отбор и подготовка проб

5.4.1 Отбор лабораторной пробы от слитков или порошка аффинированного палладия проводят по ГОСТ Р 52244.

5.4.2 Пробы палладия могут поступать на анализ в виде ленты, проволоки, стружки, губки, порошка.

5.4.3 Пробы, поступающие на анализ в виде ленты, проволоки или стружки, для удаления поверхностных загрязнений помещают в стеклянный стакан и кипятят в растворе соляной кислоты, разбавленной 1:1 в течение 10—15 мин. Полученный раствор сливают, пробы промывают дистиллированной водой декантацией 4—5 раз и высушивают на воздухе. Пробы порошка и губки кислотой не обрабатывают.

5.4.4 От проб палладия, поступающих на анализ, отбирают по 4 навески, от образцов для градуировки или стандартных образцов — по 2 навески массой от 100 до 150 мг каждая в зависимости от глубины используемых электродов, но одинаковые для одной спектрограммы. Навески в виде порошка запрессовывают в кратер графитового электрода.

5.5 Подготовка оборудования к проведению измерений

5.5.1 Оборудование подготавливают к работе согласно инструкциям по эксплуатации. Длины волн аналитических линий и линий сравнения, рабочие режимы приборов, рекомендуемые для выполнения анализа, приведены в таблицах 3 и 4 соответственно. Для каждого определяемого элемента выбирают одну из рекомендуемых длин волн. Допускается использование других линий и рабочих режимов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 2.

Таблица 3 — Длины волн аналитических линий

В нанометрах

Наименование определяемого элемента	Длина волны аналитической линии	Длина волны линии сравнения (палладий)
Алюминий	309,27	Фон, 306,61
Железо	302,06	Фон, 302,17
Золото	267,59	Фон, 268,62
Иридий	266,47 322,0	Фон, 268,62 Фон, 321,89
Кальций	315,89	Фон, 321,89
Кобальт	241,16 345,35	Фон, 268,62 Фон, 302,17
Кремний	288,15	Фон, 302,17
Магний	285,21 280,2	Фон, 302,17 Фон, 302,17
Марганец	259,37 260,57	Фон, 268,62 Фон, 268,62
Медь	324,75 327,3	Фон, 321,89 Фон, 321,89
Никель	341,47 301,2	Фон, 332,09 Фон, 302,17
Олово	286,33 317,5	Фон, 302,17 Фон, 321,89
Осмий	283,86	Фон, 268,62
Платина	270,58 299,4	Фон, 268,62 Фон, 302,17
Родий	332,30	Фон, 332,09
Рутений	366,13 298,89	Фон, 356,66 Фон, 302,17
Свинец	283,30	Фон, 302,17
Серебро	328,06 338,2	Фон, 328,72 Фон, 332,09

Окончание таблицы 3

Наименование определяемого элемента	Длина волны аналитической линии	Длина волны линии сравнения (палладий)
Сурьма	287,7	Фон, 302,17
Теллур	238.5	Фон, 268,62
Хром	284,32 286,51	Фон, 268,62 Фон, 268,62
Цинк	334,5	Фон, 332,09
Примечание — Фон означает, что в качестве линии сравнения выбирают длину волны, соответствующую минимальному почернению фотопластинки рядом с аналитической линией определяемого элемента (с любой стороны, но с одной и той же для данного элемента во всех спектрах на фотопластинке).		

Таблица 4 — Рекомендуемые рабочие режимы

Наименование параметра	Значение параметра
Дуга постоянного тока: сила тока, А	 10—12
Дуга переменного тока: частота разрядов, Гц фиксированное значение фазы поджига сила тока, А	 100 60° 10—12
Условия фотографирования спектров: ширина щели, мм экспозиция, с	 0,015 60

5.5.2 Электрододержатели и приспособления очищают спиртом от поверхностных загрязнений.

5.5.3 Включают водяное охлаждение электрододержателей.

5.5.4 Подготовленную к анализу навеску палладия помещают в кратер графитового электрода. Контрэлектродом служит графитовый стержень, заточенный на полусферу или усеченный конус. При использовании в качестве источника возбуждения дуги постоянного тока анализируемая проба является анодом.

5.5.5 Межэлектродный промежуток устанавливают по увеличенному изображению дуги на экране промежуточной диафрагмы 5 мм и поддерживают строго постоянным, корректируя его в течение всей экспозиции.

5.6 Проведение измерений

5.6.1 Для получения градуировочного графика используют стандартные образцы состава палладия или образцы для градуировки. Спектры каждого стандартного образца (образца для градуировки) и анализируемой пробы фотографируют в одинаковых условиях. Для каждого стандартного образца (образца для градуировки) получают две, а для анализируемой пробы — четыре спектрограммы. При массовой доле элементов в пробе, превышающей значение верхней границы интервала содержаний с использованием постоянного тока, указанной в таблице 1, фотографирование спектров проводят повторно с применением переменного тока.

5.6.2 Фотопластинки проявляют, ополаскивают в воде, фиксируют, промывают в проточной воде и сушат.

5.6.3 С помощью микроденситометра на каждой спектрограмме измеряют почернение аналитической линии определяемого элемента $S_{л+ф}$ и близлежащего фона $S_ф$ и вычисляют разность почернений $\Delta S = S_{л+ф} - S_ф$. От полученных значений ΔS переходят к значениям $\lg(I_л/I_ф)$ с помощью таблицы А.1, приведенной в приложении А. Используя значения $\lg C$ и $\lg(I_л/I_ф)$, полученные для стандартных образцов, строят градуировочный график в координатах: $\lg C$ — $lg(I_л/I_ф)$, где C — массовая доля определяемого элемента в стандартном образце (образце для градуировки), %.

5.6.4 В области верхней границы диапазона массовых долей допускается построение градуировочных графиков в координатах: ΔS — $\lg C$, где ΔS — разность почернений аналитической линии и линии сравнения (палладий).

5.6.5 По градуировочному графику, используя четыре параллельных значения $\lg(I_л/I_ф)$ либо ΔS, соответственно, полученные по четырем спектрограммам для каждой пробы, находят четыре результата параллельных определений массовой доли каждого элемента-примеси в анализируемой пробе.

5.7 Оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа

5.7.1 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 $CR_{0,95}(4)$, приведенным в таблице 2.

5.7.2 Если диапазон результатов четырех параллельных определений ($X_{макс} - X_{мин}$) не превышает критический диапазон $CR_{0,95}(4)$, все результаты признают приемлемыми и за окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов четырех параллельных определений.

5.7.3 Если диапазон результатов четырех параллельных определений превышает $CR_{0\,95}(4)$, проводят еще четыре параллельных определения.

Рассчитывают критический диапазон для восьми параллельных определений $CR_{0,95}(8)$ по формуле

$$CR_{0.95}(8) = 4{,}3S_r, \qquad (2)$$

где S_r — стандартное отклонение повторяемости.

Если для полученных восьми параллельных определений значение ($X_{макс} - X_{мин}$) не превышает критический диапазон $CR_{0\,95}(8)$, то в качестве окончательного результата анализа принимают среднеарифметическое значение результатов восьми параллельных определений. В противном случае в качестве окончательного результата анализа принимают медиану результатов восьми параллельных определений, если в нормативных документах данного предприятия не предусмотрено иное.

5.8 Контроль точности результатов анализа

5.8.1 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 $R_{I(TO)}$, 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.

5.8.2 Контроль правильности

Контроль правильности проводят путем анализа стандартных образцов состава палладия. Образцы, используемые для контроля правильности, не могут использоваться для получения градуировочных зависимостей.

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

Критическое значение K рассчитывают по формуле

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

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

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

6 Спектрометрический метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением спектра

При спектрометрическом методе используют фотоэлектрический способ регистрации эмиссионных спектров.

Метод позволяет определить массовые доли элементов-примесей в диапазонах, приведенных в таблице 5.

Таблица 5 — Диапазоны измерений массовых долей определяемых элементов

В процентах

Наименование определяемого элемента	Диапазон измерений массовой доли	Наименование определяемого элемента	Диапазон измерений массовой доли
Алюминий	От 0,0002 до 0,040 включ.	Осмий	От 0,0003 до 0,010 включ.
Висмут	От 0,00010 до 0,010 включ.	Платина	От 0,0010 до 0,10 включ.
Железо	От 0,00010 до 0,10 включ.	Рений	От 0,0005 до 0,0060 включ.
Золото	От 0,0002 до 0,050 включ.	Родий	От 0,0010 до 0,10 включ.
Иридий	От 0,0010 до 0,10 включ.	Рутений	От 0,0010 до 0,10 включ.
Кальций	От 0,0004 до 0,020 включ.	Свинец	От 0,0002 до 0,020 включ.
Кобальт	От 0,00010 до 0,010 включ.	Серебро	От 0,0005 до 0,020 включ.
Кремний	От 0,0002 до 0,040 включ.	Сурьма	От 0,0010 до 0,050 включ.
Магний	От 0,00010 до 0,030 включ.	Теллур	От 0,0005 до 0,010 включ.
Марганец	От 0,00010 до 0,010 включ.	Титан	От 0,00010 до 0,0050 включ.
Медь	От 0,00010 до 0,030 включ.	Хром	От 0,0003 до 0,030 включ.
Никель	От 0,00010 до 0,050 включ.	Цинк	От 0,0003 до 0,030 включ.
Олово	От 0,00010 до 0,020 включ.		

6.1 Точность (правильность и прецизионность)

6.1.1 Показатели точности метода

Показатели точности метода: границы интервала, в котором с вероятностью $P = 0,95$, находится абсолютная погрешность результатов анализа (приписанная погрешность) Δ, стандартные отклонения повторяемости S_r и промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$, значения критического диапазона $CR_{0,95}(4)$, предела промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$ и предела воспроизводимости R — в зависимости от массовой доли определяемого элемента-примеси, приведены в таблице 6.

Таблица 6 — Показатели точности метода ($P = 0,95$)

В процентах

Уровень массовых долей определяемых элементов	Границы интервала абсолютной погрешности ± Δ	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Критический диапазон $CR_{0,95}(4)$	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$	Предел промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$	Предел воспроизводимости R
0,00010	0,00007	0,00002	0,00008	0,00003	0,00009	0,00011
0,0003	0,0001	0,00007	0,0002	0,00006	0,0002	0,0002
0,0005	0,0002	0,00014	0,0005	0,00008	0,0002	0,0003
0,0008	0,0003	0,00020	0,0007	0,00011	0,0003	0,0004
0,0010	0,0005	0,0003	0,0010	0,00018	0,0005	0,0006
0,0020	0,0010	0,0005	0,0019	0,00050	0,0014	0,0017
0,0030	0,0015	0,0008	0,0028	0,0007	0,0019	0,0022
0,0050	0,0022	0,0011	0,0040	0,0008	0,0022	0,0027
0,010	0,004	0,0019	0,007	0,0017	0,005	0,006
0,020	0,007	0,0035	0,013	0,0030	0,008	0,010
0,030	0,010	0,0050	0,018	0,0048	0,013	0,016
0,050	0,015	0,0072	0,026	0,0067	0,019	0,022
0,080	0,022	0,010	0,036	0,0090	0,025	0,030
0,10	0,03	0,013	0,05	0,012	0,03	0,04

6.1.2 Правильность

Для оценки систематической погрешности данного метода определения элементов-примесей в палладии используют в качестве опорных значений аттестованные значения массовых долей элементов в государственных стандартных образцах состава палладия ГСО 7615—99 (комплект Пд-36), ГСО 7331—96 (комплект Пд-28) или других ГСО, не уступающих по набору определяемых элементов и метрологическим характеристикам.

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

6.1.3 Прецизионность

6.1.3.1 Диапазон результатов четырех 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 6 критический диапазон $CR_{0,95}(4)$ для $n = 4$ по ГОСТ Р ИСО 5725-6 в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при правильном использовании метода.

6.1.3.2 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 6 предела промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$ по ГОСТ Р ИСО 5725-3 в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при правильном использовании метода.

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

Для промежуточных значений массовых долей значения показателей точности находят методом линейной интерполяции по формуле (1), указанной в 5.1.1.

6.2 Требования

6.2.1 Общие требования и требования безопасности

Общие требования к методу анализа и требования к обеспечению безопасности выполняемых работ и обеспечению экологической безопасности — по ГОСТ Р 52599.

6.2.2 Требования к квалификации исполнителей

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

6.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Спектрометр с генератором дуги постоянного (переменного) тока или комплекс атомно-эмиссионного спектрального анализа с анализатором эмиссионных спектров типа МАЭС, предназначенный для получения спектров в диапазоне 210—350 нм.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,001 г.

Электроды графитовые по [1] диаметром 6 мм с кратером глубиной 1—3 мм и диаметром 4 мм.

Электроды графитовые по [1] диаметром 6 мм, заточенные на усеченный конус или полусферу.

Плита электрическая с закрытой спиралью.

Стаканы химические термостойкие.

Кислота соляная ос.ч. по ГОСТ 14261.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Образцы для градуировки (образцы палладия с ранее установленными значениями массовых долей элементов-примесей).

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

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 6.

6.4 Отбор и подготовка проб

6.4.1 Отбор лабораторной пробы от слитков или порошка аффинированного палладия проводят по ГОСТ Р 52244.

6.4.2 Пробы палладия могут поступать на анализ в виде ленты, проволоки, стружки, губки, порошка.

6.4.3 Пробы, поступающие на анализ в виде ленты, проволоки или стружки, для удаления поверхностных загрязнений кипятят в соляной кислоте, разбавленной 1:1, в течение 10—15 мин. Полученный раствор сливают, пробы промывают дистиллированной водой декантацией 4—5 раз и высушивают на воздухе. Пробы порошка и губки кислотой не обрабатывают.

6.4.4 От лабораторных проб палладия отбирают по 4 навески, от образцов для градуировки или стандартных образцов — по 2 навески массой от 100 до 150 мг каждая в зависимости от глубины используемых электродов, но одинаковые для одной спектрограммы. Навески в виде порошка запрессовывают в кратер графитового электрода.

6.5 Подготовка оборудования к проведению измерений

6.5.1 Оборудование подготавливают к работе согласно инструкциям по эксплуатации. Рабочие режимы спектрометра приведены в таблице 7. Допускается использование других рабочих режимов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 6.

Таблица 7 — Рекомендуемые рабочие режимы спектрометра

Наименование параметра	Значение параметра
Дуга постоянного тока: сила тока, А	10—12
Дуга переменного тока: сила тока, А	8—10
Условия регистрации спектров: ширина щели, мм аналитический промежуток, мм время обжига, с экспозиция, с	 0,015 2,5 5 15

6.5.2 Электрододержатели очищают спиртом от поверхностных загрязнений.

6.5.3 Включают водяное охлаждение электрододержателей.

6.5.4 Подготовленную к анализу навеску палладия помещают в кратер графитового электрода. Контрэлектродом служит графитовый стержень, заточенный на полусферу или усеченный конус. При использовании в качестве источника возбуждения дуги постоянного тока анализируемая проба является анодом.

6.5.5 Межэлектродный промежуток устанавливают по увеличенному изображению дуги на экране промежуточной диафрагмы 5 мм и поддерживают строго постоянным, корректируя его в течение всей экспозиции.

6.6 Проведение измерений

6.6.1 Для получения градуировочной зависимости проводят измерение интенсивности аналитических линий определяемых элементов и линии сравнения для стандартных образцов (образцов для градуировки). Для каждого из определяемых элементов выбирают одну из рекомендуемых аналитических линий. Длины волн аналитических линий приведены в таблице 8. Допускается использование других аналитических линий при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 6.

Таблица 8 — Длины волн аналитических линий

В нанометрах

Наименование определяемого элемента	Длина волны аналитической линии	Длина волны линии сравнения (палладий)	Наименование определяемого элемента	Длина волны аналитической линии	Длина волны линии сравнения (палладий)
Алюминий	309,27	237,21 307,52	Золото	267,59	268,62, фон
Висмут	289,79 306,77	Фон Фон	Иридий	266,47 292,48 322,08	271,57, фон 307,52 307,52
Железо	296,69 302,06 302,11	Фон 302,17; 307,52 Фон	Кальций	315,88	Фон

Окончание таблицы 8

Наименование определяемого элемента	Длина волны аналитической линии	Длина волны линии сравнения (палладий)	Наименование определяемого элемента	Длина волны аналитической линии	Длина волны линии сравнения (палладий)
Кобальт	241,16 345,35	Фон	Родий	332,30 343,48	362,09 307,52, фон
Кремний	251,92 242,85	Фон 307,52	Рутений	366,13 298,89 343,67	356,66 Фон 307,52
Магний	280,27	Фон	Свинец	283,30	237,21
Марганец	260,56 279,48 259,37	Фон 307,52 Фон	Серебро	309,91 338,29	237,21 Фон
Медь	324,73 296,1	321,89, фон Фон	Сурьма	259,80	Фон
Никель	341,47 301,20 310,5 305,08 339,29	332,09 Фон Фон 307,52 307,52	Теллур	238,57	Фон
Олово	317,50	Фон	Титан	308,80 318,08	237,21 237,21
Осмий	290,90	237,21	Хром	284,32	Фон
Платина	270,58 299,79 265,94	268,62 Фон 307,52	Цинк	334,50 328,23 213,85	Фон Фон 213,85
Рений	342,46	237,21			

Измерения проводят для двух навесок стандартных образцов состава палладия или образцов для градуировки и получают среднее значение.

6.6.2 Получают градуировочные зависимости относительной или абсолютной интенсивности аналитических линий определяемых элементов от массовой доли этих элементов в стандартном образце (образце для градуировки) в координатах, предусмотренных программой спектрометра.

Далее проводят построение градуировочной характеристики для каждого элемента по алгоритму, заложенному в программном обеспечении спектрометра. Градуировочные характеристики сохраняют в файле данных градуировки и затем используют для последующих анализов проб.

6.6.3 Измеряют интенсивности аналитических линий определяемых элементов для каждой из четырех навесок пробы.

6.6.4 С помощью градуировочных зависимостей получают четыре результата параллельных определений массовой доли каждого определяемого элемента в пробе.

6.7 Оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа

6.7.1 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 $CR_{0,95}(4)$, приведенным в таблице 6.

6.7.2 Если диапазон результатов четырех параллельных определений ($X_{макс} - X_{мин}$) не превышает критический диапазон $CR_{0,95}(4)$, все результаты признают приемлемыми и за окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов четырех параллельных определений.

6.7.3 Если диапазон результатов четырех параллельных определений превышает $CR_{0,95}(4)$, проводят еще четыре параллельных определения.

Рассчитывают критический диапазон для восьми параллельных определений $CR_{0,95}(8)$ по формуле

$$CR_{0,95}(8) = 4,3\ S_r, \qquad (4)$$

где S_r — стандартное отклонение повторяемости.

Если для полученных восьми параллельных определений значение ($X_{макс} - X_{мин}$) не превышает критический диапазон $CR_{0,95}(8)$, то в качестве окончательного результата анализа принимают среднеарифметическое значение результатов восьми параллельных определений. В противном случае в качестве окончательного результата анализа принимают медиану результатов восьми параллельных определений, если в нормативных документах данного предприятия не предусмотрено иное.

6.8 Контроль точности результатов анализа

6.8.1 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 $R_{I(ТО)}$, указанный в таблице 6.

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 6.

6.8.2 Контроль правильности

Контроль правильности проводят путем анализа стандартных образцов состава палладия. Образцы, используемые для контроля правильности, не могут использоваться для получения градуировочных зависимостей.

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

Критическое значение K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{ат}^2 + \Delta^2}, \quad (5)$$

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

Δ — границы интервала абсолютной погрешности результата анализа (значения Δ приведены в таблице 6).

Приложение А
(справочное)

Таблица значений lg($I_л/I_ф$), соответствующих измеренным значениям $\Delta S/\gamma$

Приводимая ниже таблица А.1 служит для перевода измеренных значений $\Delta S/\gamma$ и lg $I_л/I_ф$.

Таблица содержит результаты расчета в формуле

$$\lg I_л/I_ф = \lg(10\frac{\Delta S}{\gamma}), \quad (А.1)$$

где ΔS — разность плотности почернений на фотопластинке;

γ — фактор контрастности.

Обозначим суммарную интенсивность линии вместе с фоном $I_{л+ф}$, интенсивность фона под максимумом линии в отсутствие линии $I_ф$.

Так как $I_{л+ф} = I_л + I_ф$, отношение интенсивности линии $I_л$ к интенсивности фона определяют по формуле

$$I_л/I_ф = I_{л+ф}/I_ф - 1. \quad (А.2)$$

Если условия фотографирования спектра выбраны так, что почернения линии с фоном $S_{л+ф}$ и фона в отсутствие линии $S_ф$ лежат в нормальной области, то

$$\lg I_{л+ф}/I_ф = \Delta S/\gamma, \text{ где } \Delta S = S_{л+ф} - S_ф. \quad (А.3)$$

Отсюда, пользуясь выражением $I_л/I_ф = I_{л+ф}/I_ф - 1$,

получаем $\lg I_л/I_ф = \lg (I_{л+ф}/I_ф - 1) = \lg (10\frac{\Delta S}{\gamma} - 1)$.

Таблица А.1 охватывает наиболее важные для практики аналитической работы значения $\Delta S/\gamma$ от 0,05 до 1,9.

Таблица состоит из двух частей: части, охватывающей значения $\Delta S/\gamma$ от 0,05 до 0,99, и части, охватывающей значения $\Delta S/\gamma$ от 1,00 до 1,9.

В первой части таблицы в первой графе представлены значения $\Delta S/\gamma$ с двумя знаками после запятой, цифры в головках других граф от 0 до 9 означают третий знак после запятой значения, равного $\Delta S/\gamma$.

Например, $\Delta S/\gamma = 0{,}537$: находят в первой графе значение 0,53 и в графе с цифрой 7 определяют соответствующее значение логарифма lg $I_л/I_ф = 0{,}388$.

Вторая часть таблицы построена аналогичным образом с той разницей, что в первой графе приводятся значения $\Delta S/\gamma$ с одним знаком после запятой, а цифры в головках других граф обозначают второй после запятой знак значения $\Delta S/\gamma$.

Например, $\Delta S/\gamma = 1{,}36$: находят в первой графе значение 1,3 и в графе с цифрой 6 находят значение логарифма lg $I_л/I_ф = 1{,}341$.

Для значений $\Delta S/\gamma$, меньших, чем 0,301, значение lg $I_л/I_ф$ отрицательное — знак минус над характеристикой ($\bar{1}\ldots$).

Так как lg $I_{л+ф}/I_ф = \Delta S/\gamma$, то таблица может быть применена также и для нахождения значения lg $I_л/I_ф$, соответствующего значениям lg $I_{л+ф}/I_ф$ при любом способе измерения.

Если фактор контрастности γ не измеряют, то вместо значений $\Delta S/\gamma$ в таблице применяют значения ΔS, при этом используют настоящую таблицу аналогичным образом. Если измеренное значение $\Delta S = 0{,}674$, то в первой графе находят значение 0,67 и в графе с цифрой 4 определяют значение логарифма 0,571.

Следует отметить, что найденное таким образом значение 0,571 представляет собой не lg $I_л/I_ф$, а lg $(10\frac{\Delta S}{\gamma} - 1)$. На точности анализа по методу «трех эталонов» это обстоятельство практически не отражается.

Таблица А.1 — Значения lg ($I_{\text{п}}/I_{\text{ф}}$), соответствующие измеренным значениям $\Delta S/\gamma$

$\Delta S/\gamma$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,05	$\bar{1}$,086	$\bar{1}$,096	$\bar{1}$,104	$\bar{1}$,113	$\bar{1}$,122	$\bar{1}$,130	$\bar{1}$,139	$\bar{1}$,147	$\bar{1}$,155	$\bar{1}$,163
0,06	$\bar{1}$,171	$\bar{1}$,178	$\bar{1}$,186	$\bar{1}$,193	$\bar{1}$,201	$\bar{1}$,208	$\bar{1}$,215	$\bar{1}$,222	$\bar{1}$,229	$\bar{1}$,236
0,07	$\bar{1}$,243	$\bar{1}$,249	$\bar{1}$,256	$\bar{1}$,263	$\bar{1}$,269	$\bar{1}$,275	$\bar{1}$,282	$\bar{1}$,288	$\bar{1}$,294	$\bar{1}$,300
0,08	$\bar{1}$,306	$\bar{1}$,312	$\bar{1}$,318	$\bar{1}$,323	$\bar{1}$,329	$\bar{1}$,335	$\bar{1}$,340	$\bar{1}$,346	$\bar{1}$,351	$\bar{1}$,357
0,09	$\bar{1}$,362	$\bar{1}$,368	$\bar{1}$,373	$\bar{1}$,378	$\bar{1}$,383	$\bar{1}$,388	$\bar{1}$,393	$\bar{1}$,398	$\bar{1}$,403	$\bar{1}$,408
0,10	$\bar{1}$,413	$\bar{1}$,418	$\bar{1}$,423	$\bar{1}$,428	$\bar{1}$,432	$\bar{1}$,437	$\bar{1}$,442	$\bar{1}$,446	$\bar{1}$,451	$\bar{1}$,455
0,11	$\bar{1}$,460	$\bar{1}$,464	$\bar{1}$,469	$\bar{1}$,473	$\bar{1}$,477	$\bar{1}$,482	$\bar{1}$,486	$\bar{1}$,490	$\bar{1}$,494	$\bar{1}$,499
0,12	$\bar{1}$,503	$\bar{1}$,507	$\bar{1}$,511	$\bar{1}$,515	$\bar{1}$,519	$\bar{1}$,523	$\bar{1}$,527	$\bar{1}$,531	$\bar{1}$,535	$\bar{1}$,539
0,13	$\bar{1}$,543	$\bar{1}$,547	$\bar{1}$,550	$\bar{1}$,554	$\bar{1}$,558	$\bar{1}$,562	$\bar{1}$,566	$\bar{1}$,569	$\bar{1}$,573	$\bar{1}$,577
0,14	$\bar{1}$,580	$\bar{1}$,584	$\bar{1}$,587	$\bar{1}$,591	$\bar{1}$,595	$\bar{1}$,598	$\bar{1}$,602	$\bar{1}$,605	$\bar{1}$,609	$\bar{1}$,612
0,15	$\bar{1}$,616	$\bar{1}$,619	$\bar{1}$,622	$\bar{1}$,626	$\bar{1}$,629	$\bar{1}$,632	$\bar{1}$,636	$\bar{1}$,639	$\bar{1}$,642	$\bar{1}$,646
0,16	$\bar{1}$,649	$\bar{1}$,652	$\bar{1}$,655	$\bar{1}$,658	$\bar{1}$,662	$\bar{1}$,665	$\bar{1}$,668	$\bar{1}$,671	$\bar{1}$,674	$\bar{1}$,677
0,17	$\bar{1}$,680	$\bar{1}$,684	$\bar{1}$,687	$\bar{1}$,690	$\bar{1}$,963	$\bar{1}$,696	$\bar{1}$,699	$\bar{1}$,702	$\bar{1}$,705	$\bar{1}$,708
0,18	$\bar{1}$,711	$\bar{1}$,714	$\bar{1}$,716	$\bar{1}$,719	$\bar{1}$,722	$\bar{1}$,725	$\bar{1}$,728	$\bar{1}$,731	$\bar{1}$,734	$\bar{1}$,737
0,19	$\bar{1}$,739	$\bar{1}$,742	$\bar{1}$,745	$\bar{1}$,748	$\bar{1}$,751	$\bar{1}$,753	$\bar{1}$,756	$\bar{1}$,759	$\bar{1}$,762	$\bar{1}$,764
0,20	$\bar{1}$,767	$\bar{1}$,770	$\bar{1}$,772	$\bar{1}$,775	$\bar{1}$,778	$\bar{1}$,780	$\bar{1}$,783	$\bar{1}$,786	$\bar{1}$,788	$\bar{1}$,791
0,21	$\bar{1}$,794	$\bar{1}$,796	$\bar{1}$,799	$\bar{1}$,801	$\bar{1}$,804	$\bar{1}$,807	$\bar{1}$,809	$\bar{1}$,812	$\bar{1}$,814	$\bar{1}$,817
0,22	$\bar{1}$,819	$\bar{1}$,822	$\bar{1}$,824	$\bar{1}$,827	$\bar{1}$,829	$\bar{1}$,832	$\bar{1}$,834	$\bar{1}$,837	$\bar{1}$,839	$\bar{1}$,842
0,23	$\bar{1}$,844	$\bar{1}$,846	$\bar{1}$,849	$\bar{1}$,851	$\bar{1}$,854	$\bar{1}$,856	$\bar{1}$,858	$\bar{1}$,861	$\bar{1}$,863	$\bar{1}$,866
0,24	$\bar{1}$,868	$\bar{1}$,870	$\bar{1}$,873	$\bar{1}$,875	$\bar{1}$,877	$\bar{1}$,880	$\bar{1}$,882	$\bar{1}$,884	$\bar{1}$,887	$\bar{1}$,889
0,25	$\bar{1}$,891	$\bar{1}$,893	$\bar{1}$,896	$\bar{1}$,898	$\bar{1}$,900	$\bar{1}$,902	$\bar{1}$,905	$\bar{1}$,907	$\bar{1}$,909	$\bar{1}$,911
0,26	$\bar{1}$,914	$\bar{1}$,916	$\bar{1}$,918	$\bar{1}$,920	$\bar{1}$,922	$\bar{1}$,925	$\bar{1}$,927	$\bar{1}$,929	$\bar{1}$,931	$\bar{1}$,933
0,27	$\bar{1}$,936	$\bar{1}$,938	$\bar{1}$,940	$\bar{1}$,942	$\bar{1}$,944	$\bar{1}$,946	$\bar{1}$,948	$\bar{1}$,951	$\bar{1}$,953	$\bar{1}$,955
0,28	$\bar{1}$,957	$\bar{1}$,959	$\bar{1}$,961	$\bar{1}$,963	$\bar{1}$,965	$\bar{1}$,967	$\bar{1}$,969	$\bar{1}$,971	$\bar{1}$,974	$\bar{1}$,976
0,29	$\bar{1}$,978	$\bar{1}$,980	$\bar{1}$,982	$\bar{1}$,984	$\bar{1}$,986	$\bar{1}$,988	$\bar{1}$,990	$\bar{1}$,992	$\bar{1}$,994	$\bar{1}$,996
0,30	1,998	0,000	0,002	0,004	0,006	0,008	0,010	0,012	0,014	0,016
0,31	0,018	0,020	0,022	0,024	0,026	0,028	0,029	0,031	0,033	0,035
0,32	0,037	0,039	0,041	0,043	0,045	0,047	0,049	0,050	0,052	0,054
0,33	0,056	0,058	0,060	0,062	0,064	0,065	0,067	0,069	0,071	0,073
0,34	0,075	0,077	0,078	0,080	0,082	0,084	0,086	0,088	0,089	0,091
0,35	0,093	0,095	0,097	0,098	0,100	0,102	0,104	0,106	0,107	0,109
0,36	0,111	0,113	0,114	0,116	0,118	0,120	0,121	0,123	0,125	0,127
0,37	0,128	0,130	0,132	0,134	0,135	0,137	0,139	0,141	0,142	0,144
0,38	0,146	0,147	0,149	0,151	0,153	0,154	0,156	0,158	0,159	0,161
0,39	0,163	0,164	0,166	0,168	0,170	0,171	0,173	0,175	0,176	0,178
0,40	0,180	0,181	0,183	0,184	0,186	0,188	0,189	0,191	0,193	0,194
0,41	0,196	0,198	0,199	0,201	0,203	0,204	0,206	0,207	0,209	0,211
0,42	0,212	0,214	0,215	0,217	0,219	0,220	0,222	0,224	0,225	0,227
0,43	0,228	0,230	0,231	0,233	0,235	0,236	0,238	0,239	0,241	0,243
0,44	0,244	0,246	0,247	0,249	0,250	0,252	0,253	0,255	0,257	0,258
0,45	0,260	0,261	0,263	0,264	0,266	0,267	0,269	0,270	0,272	0,274
0,46	0,275	0,277	0,278	0,280	0,281	0,283	0,284	0,286	0,287	0,289
0,47	0,290	0,292	0,293	0,295	0,296	0,298	0,299	0,301	0,302	0,304
0,48	0,305	0,307	0,308	0,310	0,311	0,313	0,314	0,316	0,317	0,319
0,49	0,320	0,322	0,323	0,325	0,326	0,328	0,329	0,331	0,332	0,333
0,50	0,335	0,336	0,338	0,339	0,341	0,342	0,344	0,345	0,347	0,348
0,51	0,349	0,351	0,352	0,354	0,355	0,357	0,358	0,360	0,361	0,362
0,52	0,364	0,365	0,367	0,368	0,370	0,371	0,372	0,374	0,375	0,377
0,53	0,378	0,380	0,381	0,382	0,384	0,385	0,387	0,388	0,389	0,391
0,54	0,392	0,394	0,395	0,396	0,398	0,399	0,401	0,402	0,403	0,405
0,55	0,406	0,408	0,409	0,410	0,412	0,413	0,415	0,416	0,417	0,419
0,56	0,420	0,421	0,423	0,424	0,426	0,427	0,428	0,430	0,431	0,432
0,57	0,434	0,435	0,437	0,438	0,439	0,441	0,442	0,443	0,445	0,446
0,58	0,447	0,449	0,450	0,452	0,453	0,454	0,456	0,457	0,458	0,460
0,59	0,461	0,462	0,464	0,465	0,466	0,468	0,469	0,470	0,472	0,473
0,60	0,474	0,476	0,477	0,478	0,480	0,481	0,482	0,484	0,485	0,486
0,61	0,488	0,489	0,490	0,492	0,493	0,494	0,496	0,497	0,498	0,500
0,62	0,501	0,502	0,504	0,505	0,506	0,507	0,509	0,510	0,511	0,513
0,63	0,514	0,515	0,517	0,518	0,519	0,521	0,522	0,523	0,524	0,526
0,64	0,527	0,528	0,530	0,531	0,532	0,533	0,535	0,536	0,537	0,539
0,65	0,540	0,541	0,543	0,544	0,545	0,546	0,548	0,549	0,550	0,551

Окончание таблицы А.1

ΔS_{ly}	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,66	0,553	0,554	0,555	0,557	0,558	0,559	0,560	0,562	0,563	0,564
0,67	0,566	0,567	0,568	0,569	0,571	0,572	0,573	0,574	0,576	0,577
0,68	0,578	0,579	0,581	0,582	0,583	0,585	0,586	0,587	0,588	0,590
0,69	0,591	0,592	0,593	0,595	0,596	0,597	0,598	0,600	0,601	0,602
0,70	0,603	0,605	0,606	0,607	0,608	0,610	0,611	0,612	0,613	0,615
0,71	0,616	0,617	0,618	0,620	0,621	0,622	0,623	0,624	0,626	0,627
0,72	0,628	0,629	0,631	0,632	0,633	0,634	0,636	0,637	0,638	0,639
0,73	0,641	0,642	0,643	0,644	0,645	0,647	0,648	0,649	0,650	0,652
0,74	0,653	0,654	0,655	0,656	0,658	0,659	0,660	0,661	0,663	0,664
0,75	0,665	0,666	0,667	0,669	0,670	0,671	0,672	0,673	0,675	0,676
0,76	0,677	0,678	0,680	0,681	0,682	0,683	0,684	0,686	0,687	0,688
0,77	0,689	0,690	0,692	0,693	0,694	0,695	0,696	0,698	0,699	0,700
0,78	0,701	0,702	0,704	0,705	0,706	0,707	0,708	0,710	0,711	0,712
0,79	0,713	0,714	0,716	0,717	0,718	0,719	0,720	0,721	0,723	0,724
0,80	0,725	0,726	0,727	0,729	0,730	0,731	0,732	0,733	0,735	0,736
0,81	0,737	0,738	0,739	0,740	0,742	0,743	0,744	0,745	0,746	0,748
0,82	0,749	0,750	0,751	0,752	0,753	0,755	0,756	0,757	0,758	0,759
0,83	0,760	0,762	0,763	0,764	0,765	0,766	0,768	0,769	0,770	0,771
0,84	0,772	0,773	0,775	0,776	0,777	0,778	0,779	0,780	0,782	0,783
0,85	0,784	0,785	0,786	0,787	0,789	0,790	0,791	0,792	0,793	0,794
0,86	0,795	0,797	0,798	0,799	0,800	0,801	0,802	0,804	0,805	0,806
0,87	0,807	0,808	0,809	0,811	0,812	0,813	0,814	0,815	0,816	0,817
0,88	0,819	0,820	0,821	0,822	0,823	0,824	0,826	0,827	0,828	0,829
0,89	0,830	0,831	0,832	0,834	0,835	0,836	0,837	0,838	0,839	0,840
0,90	0,842	0,843	0,844	0,845	0,846	0,847	0,848	0,850	0,851	0,852
0,91	0,853	0,854	0,855	0,856	0,858	0,859	0,860	0,861	0,862	0,863
0,92	0,864	0,866	0,867	0,868	0,869	0,870	0,871	0,872	0,873	0,875
0,93	0,876	0,877	0,878	0,879	0,880	0,881	0,883	0,884	0,885	0,886
0,94	0,887	0,888	0,889	0,890	0,892	0,893	0,894	0,895	0,896	0,897
0,95	0,898	0,899	0,901	0,902	0,903	0,904	0,905	0,906	0,907	0,908
0,96	0,910	0,911	0,912	0,913	0,914	0,915	0,916	0,917	0,919	0,920
0,97	0,921	0,922	0,923	0,924	0,925	0,926	0,927	0,929	0,930	0,931
0,98	0,932	0,933	0,934	0,935	0,936	0,938	0,939	0,940	0,941	0,942
0,99	0,943	0,944	0,945	0,946	0,948	0,949	0,950	0,951	0,952	0,953
1,0	0,954	0,965	0,976	0,987	0,998	1,009	1,020	1,031	1,042	1,053
1,1	1,064	1,075	1,086	1,097	1,107	1,118	1,129	1,140	1,150	1,161
1,2	1,172	1,182	1,193	1,204	1,214	1,225	1,235	1,246	1,257	1,267
1,3	1,278	1,288	1,299	1,309	1,320	1,330	1,341	1,351	1,362	1,372
1,4	1,382	1,393	1,403	1,414	1,424	1,434	1,445	1,455	1,465	1,476
1,5	1,486	1,496	1,507	1,517	1,527	1,538	1,548	1,558	1,568	1,579
1,6	1,589	1,599	1,609	1,620	1,630	1,640	1,650	1,661	1,671	1,681
1,7	1,691	1,701	1,712	1,722	1,732	1,742	1,752	1,763	1,773	1,783
1,8	1,793	1,803	1,813	1,824	1,834	1,844	1,854	1,864	1,874	1,884
1,9	1,894	1,905	1,915	1,925	1,935	1,945	1,955	1,965	1,975	1,986

Библиография

[1] ТУ 3497-001-51046676—2001 Графитовые электроды для эмиссионного спектрального анализа

УДК 669.231:543.06:006.354 ОКС 39.060 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: аффинированный палладий, палладий в слитках, палладий в порошке, методы (спектрографический и спектрометрический) атомно-эмиссионного анализа, примеси, дуга постоянного тока, дуга переменного тока, стандартные образцы состава, образцы для градуировки, 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 *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 09.09.2008. Подписано в печать 29.10.2008. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,95. Тираж 150 экз. Зак. 1245.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru