ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53372— 2009

ЗОЛОТО

Методы анализа

Издание официальное

БЗ 3—2009/86

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 Государственный научный центр Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности (ОАО ГНЦ Гиредмет), Открытым акционерным обществом «Приокский завод цветных металлов», Федеральным государственным унитарным предприятием «Московский завод специальных сплавов», Открытым акционерным обществом «Иргиредмет» (ОАО»Иргиредмет»), корпорацией «Интертех», Государственным учреждением по формированию Государственного фонда драгоценных металлов и драгоценных камней Российской Федерации, хранению, отпуску и использованию драгоценных металлов и драгоценных камней (Гохран России)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 304 «Благородные металлы, сплавы, промышленные ювелирные изделия из них, вторичные ресурсы, содержащие благородные металлы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 июля 2009 г. № 270-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, 2009

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 3
3 Термины и определения 5
4 Точность (правильность и прецизионность) методов 5
5 Требования 9
6 Методы атомно-эмиссионного анализа 9
6.1 Метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением и фотографической регистрацией спектра 9
6.2 Метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением и фотоэлектрической регистрацией спектра 15
6.3 Метод атомно-эмиссионного анализа с искровым возбуждением и фотоэлектрической регистрацией спектра 16
6.4 Метод атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой 17
6.5 Метод атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой и искровым отбором пробы (искровой абляцией) 24
7 Метод атомно-абсорбционного анализа 25
Приложение А (обязательное) Таблица значений $\lg(I_n/I_\Phi)$, соответствующих измеренным значениям $\Delta S/\gamma$ 33
Библиография 36

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЗОЛОТО

Методы анализа

Gold. Methods of analysis

Дата введения — 2010—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на аффинированное золото с массовой долей золота не менее 99,95 %, выпускаемое в соответствии с ГОСТ 28058 и ГОСТ 6835.

Настоящий стандарт устанавливает атомно-эмиссионные (с дуговым и искровым возбуждением спектра, с индуктивно связанной плазмой) и атомно-абсорбционный методы определения примесей алюминия, висмута, галлия, железа, индия, иридия, кадмия, кальция, кобальта, кремния, магния, марганца, меди, мышьяка, никеля, олова, палладия, платины, родия, свинца, селена, серебра, сурьмы, теллура, титана, хрома, цинка в аффинированном золоте.

Методы основаны на возбуждении атомов пробы в дуговом, искровом разрядах, в индуктивно связанной плазме, на возбуждении атомов предварительно переведенной в раствор пробы в индуктивно связанной плазме, пламени газовой горелки или графитовом атомизаторе (кювете), измерении интенсивности аналитической спектральной линии определяемого элемента и последующем определении содержания элемента с помощью градуировочной характеристики, полученной по стандартным (градуировочным) образцам.

Методы позволяют определять массовые доли элементов в диапазонах, приведенных в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 — Диапазоны массовых долей элементов, определяемых атомно-эмиссионным методом с дуговым разрядом

В процентах

Определяемый элемент	Массовая доля элементов, определяемых атомно-эмиссионным методом с дуговым разрядом			
	Фотографическая регистрация		Фотоэлектрическая регистрация	
	Графитовые электроды	Литые стержни	Спектрометр	МАЭС*
Алюминий	0,0001 — 0,005	—	0,0001 — 0,005	0,0001 — 0,01
Висмут	0,0001 — 0,01	0,0001 — 0,005	0,0002 — 0,01	0,0001 — 0,01
Галлий	—	—	—	0,0002 — 0,02
Железо	0,0002 — 0,02	0,0002 — 0,005	0,0005 — 0,02	0,0002 — 0,02
Индий	0,0002 — 0,01	—	0,0002 — 0,01	0,0001 — 0,01
Иридий	0,001 — 0,01	—	0,001 — 0,01	0,0001 — 0,01

Издание официальное

Окончание таблицы 1

Определяемый элемент	Массовая доля элементов, определяемых атомно-эмиссионным методом с дуговым разрядом			
	Фотографическая регистрация		Фотоэлектрическая регистрация	
	Графитовые электроды	Литые стержни	Спектрометр	МАЭС*
Кадмий	0,0002 — 0,003	—	0,0002 — 0,003	0,0001 — 0,01
Кальций	0,0003 — 0,01	—	0,0003 — 0,01	0,0002 — 0,01
Кобальт	0,0001 — 0,003	—	0,0001 — 0,003	0,0001 — 0,01
Кремний	0,0002 — 0,005	0,0002 — 0,01	0,0002 — 0,005	0,0001 — 0,01
Магний	0,0002 — 0,01	0,0002 — 0,005	0,0002 — 0,01	0,0002 — 0,01
Марганец	0,0001 — 0,005	0,0001 — 0,01	0,0001 — 0,005	0,0001 — 0,01
Медь	0,0001 — 0,02	—	0,0001 — 0,02	0,0001 — 0,02
Мышьяк	0,0005 — 0,005	—	0,0005 — 0,005	0,0001 — 0,01
Никель	0,0001 — 0,005	0,0002 — 0,002	0,0001 — 0,005	0,0001 — 0,01
Олово	0,0002 — 0,01	0,0002 — 0,01	0,0002 — 0,01	0,0001 — 0,01
Палладий	0,0002 — 0,02	0,0002 — 0,01	0,0003 — 0,02	0,0001 — 0,02
Платина	0,0008 — 0,02	0,0002 — 0,01	0,0008 — 0,02	0,0001 — 0,02
Родий	0,0001 — 0,005	0,0002 — 0,003	0,0001 — 0,005	0,0001 — 0,01
Свинец	0,0002 — 0,01	0,0003 — 0,01	0,0002 — 0,01	0,0001 — 0,01
Селен	0,0002 — 0,002	—	0,0002 — 0,002	—
Серебро	0,0001 — 0,02	0,0001 — 0,02	0,0001 — 0,02	0,0001 — 0,02
Сурьма	0,0002 — 0,01	0,0002 — 0,01	0,0002 — 0,01	0,0001 — 0,01
Теллур	0,001 — 0,003	—	0,001 — 0,003	0,0001 — 0,01
Титан	0,0001 — 0,003	—	0,0001 — 0,003	0,0001 — 0,01
Хром	0,0001 — 0,005	0,0002 — 0,003	0,0001 — 0,005	0,0001 — 0,01
Цинк	0,0002 — 0,01	0,0002 — 0,01	0,0002 — 0,01	0,0001 — 0,01
* МАЭС — многоканальный атомно-эмиссионный анализатор спектров.				

Таблица 2 — Диапазоны массовых долей элементов, определяемых атомно-эмиссионным и атомно-абсорбционным методами

В процентах

Определяемый элемент	Массовая доля элементов, определяемых			
	атомно-эмиссионным методом			атомно-абсорбционным методом
	с искровым разрядом	с индуктивно связанной плазмой при введении пробы		
		из раствора	искровым разрядом	
Алюминий	0,0001 — 0,005	0,0001 — 0,05	—	0,0002 — 0,01
Висмут	0,0002 — 0,01	0,0002 — 0,01	0,0001 — 0,01	0,0001 — 0,02

Окончание таблицы 2

Определяемый элемент	Массовая доля элементов, определяемых			
	атомно-эмиссионным методом			атомно-абсорбционным методом
	с искровым разрядом	с индуктивно связанной плазмой при введении пробы		
		из раствора	искровым разрядом	
Железо	0,0005 — 0,02	0,0001 — 0,02	0,0001 — 0,02	0,0002 — 0,02
Индий	0,0002 — 0,01	—	—	—
Иридий	0,001 — 0,01	—	—	—
Кадмий	0,0002 — 0,003	0,0001 — 0,05	—	0,0001 — 0,01
Кальций	0,0003 — 0,01	—	—	—
Кобальт	0,0001 — 0,003	0,0001 — 0,05	—	0,0001 — 0,01
Кремний	0,0002 — 0,005	0,0001 — 0,02	0,0001 — 0,01	0,0002 — 0,01
Магний	0,0002 — 0,01	0,0001 — 0,01	0,0001 — 0,005	0,0002 — 0,01
Марганец	0,0001 — 0,005	0,0001 — 0,01	0,0001 — 0,008	0,0001 — 0,02
Медь	0,0001 — 0,02	0,0001 — 0,02	0,0001 — 0,12	0,0001 — 0,02
Мышьяк	0,0005 — 0,005	0,0002 — 0,05	0,0002 — 0,005	0,0001 — 0,01
Никель	0,0001 — 0,005	0,0001 — 0,01	0,0001 — 0,008	0,0001 — 0,02
Олово	0,0002 — 0,01	0,0002 — 0,01	0,0001 — 0,01	0,0001 — 0,02
Палладий	0,0003 — 0,02	0,0001 — 0,02	0,0001 — 0,024	0,0001 — 0,02
Платина	0,0008 — 0,02	0,0001 — 0,02	0,0001 — 0,013	0,0001 — 0,02
Родий	0,0001 — 0,005	0,0001 — 0,01	0,0001 — 0,003	0,0001 — 0,02
Свинец	0,0002 — 0,01	0,0002 — 0,01	0,00012 — 0,01	0,0002 — 0,02
Селен	0,0002 — 0,002	—	—	—
Серебро	0,0001 — 0,02	0,0001 — 0,04	0,0001 — 0,018	0,0001 — 0,02
Сурьма	0,0002 — 0,01	0,0002 — 0,01	0,0001 — 0,01	0,0001 — 0,02
Теллур	0,001 — 0,003	0,0002 — 0,05	—	0,0001 — 0,01
Титан	0,0001 — 0,003	0,0001 — 0,05	0,00005 — 0,004	0,0001 — 0,01
Хром	0,0001 — 0,005	0,0001 — 0,01	0,0001 — 0,008	0,0002 — 0,02
Цинк	0,0002 — 0,01	0,0001 — 0,01	0,0001 — 0,01	0,0001 — 0,02

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 52244—2004 Палладий аффинированный. Технические условия

ГОСТ Р 52245—2004 Платина аффинированная. Технические условия

ГОСТ Р 52361—2005 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

ГОСТ Р 52599—2006 Драгоценные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 123—2008 Кобальт. Технические условия

ГОСТ 334—73 Бумага масштабно-координатная. Технические условия

ГОСТ 804—93 Магний первичный в чушках. Технические условия

ГОСТ 849—2008 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 859—2001 Медь. Марки

ГОСТ 860—75 Олово. Технические условия

ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия

ГОСТ 1467—93 Кадмий. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3778—98 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4055—78 Никель (II) азотнокислый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4456—75 Кадмий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 5817—77 Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 5905—2004 (ИСО 10387:1994) Хром металлический. Технические требования и условия поставки

ГОСТ 6008—90 Марганец металлический и марганец азотированный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6835—2002 Золото и сплавы на его основе. Марки

ГОСТ 6836—2002 Серебро и сплавы на его основе. Марки

ГОСТ 9428—73 Кремний (IV) оксид. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10928—90 Висмут. Технические условия

ГОСТ 11069—2001 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12342—81 Родий в порошке. Технические условия

ГОСТ 13610—79 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 17614—80 Теллур технический. Технические условия

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

ГОСТ 18289—78 Натрий вольфрамовокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19658—81 Кремний монокристаллический в слитках. Технические условия

ГОСТ 20448—90 Газы углеводородные сжиженные топливные для коммунально-бытового потребления. Технические условия

ГОСТ 21907—76 Циркония двуокись. Технические условия

ГОСТ 22861—93 Свинец высокой чистоты. Технические условия

ГОСТ 23620—79 Ниобия пятиокись. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24363—80 Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28058—89 Золото в слитках. Технические условия

ГОСТ 28595—90 Серебро в слитках. Технические условия

ГОСТ 29227—91(ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29298—2005 Ткани хлопчатобумажные и смешанные бытовые. Общие технические условия

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 заменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р 8.563, ГОСТ 52361.

4 Точность (правильность и прецизионность) методов

4.1 Правильность

Для оценки систематической погрешности методов используют аттестованные значения массовых долей элементов в государственных стандартных образцах (ГСО) состава золота (комплект СОЗ) ГСО 7287—96м или других ГСО, не уступающих по набору определяемых примесей и метрологическим характеристикам.

Систематическая погрешность методов анализа в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-4 незначима при уровне значимости α = 5 % для всех определяемых элементов-примесей в золоте на всех уровнях определяемых содержаний.

4.2 Прецизионность

4.2.1 Диапазон (размах) n результатов параллельных определений ($x_{макс} - x_{мин}$), полученных в условиях повторяемости (сходимости), может превышать значение предела повторяемости r (при n = 2) либо значения критического диапазона $CR_{0,95}(n)$ (при n > 2), указанные в таблицах 3 — 6, в среднем не более одного раза из двадцати при P = 0,95 (ГОСТ 5725-6).

4.2.2 Диапазон (размах) двух результатов анализа, полученных в условиях промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности (разное время, разные операторы, одно и то же оборудование), т.е. абсолютное значение разности $|X_1 - X_2|$ может превышать значение предела промежуточной прецизионности *I (TO)*, указанное в таблицах 3 — 6, в среднем не более одного раза из двадцати при P = 0,95 (ГОСТ 5725-3).

4.2.3 Диапазон (размах) двух результатов анализа, полученных в разных лабораториях, может превышать значение предела воспроизводимости R, указанное в таблицах 3 — 6, в среднем не более одного раза из двадцати при P = 0,95 (ГОСТ 5725-3).

4.3 Контроль точности результатов анализа

4.3.1 Контроль точности результатов параллельных определений

При контроле точности результатов параллельных определений при n = 2 абсолютное значение разности двух результатов параллельных определений $|x_1 - x_2|$ не должно превышать предел повторяемости r, т.е. с доверительной вероятностью P = 0,95 должно выполняться условие

$$|x_1 - x_2| \le r. \quad (1)$$

Значения r приведены в таблицах 4 — 6.

Разность наибольшего ($x_{макс}$) и наименьшего ($x_{мин}$) из n (при n > 2) результатов параллельных определений не должна превышать норматив контроля — значения критического диапазона $CR_{0,95}(n)$, т.е. с доверительной вероятностью P = 0,95 должно выполняться условие

$$x_{макс} - x_{мин} \le CR_{0,95}(n). \quad (2)$$

Значения $CR_{0,95}(n)$ приведены в таблицах 3,4.

Если указанные соотношения не выполняются, анализ повторяют. Если при этом диапазон (размах) $2n$ результатов параллельных определений не превышает критический диапазон $CR_{0,95}(2n)$, т.е. если с доверительной вероятностью $P = 0,95$ выполняется условие

$$x_{макс} - x_{мин} \le CR_{0,95}(2n), \quad (3)$$

за результат анализа принимают среднеарифметическое значение $2n$ результатов параллельных определений.

Критический диапазон вычисляют по формуле

$$CR_{0,95}(2n) = f(2n)S_r, \quad (4)$$

где f — коэффициент критического диапазона для доверительной вероятности $P = 0,95$,

при $n = 2$ $2n = 4$ $f(2n) = 3,63$,

при $n = 4$ $2n = 8$ $f(2n) = 4,3$,

при $n = 5$ $2n = 10$ $f(2n) = 4,5$;

n — число параллельных определений, предусмотренное в соответствующем разделе стандарта;

S_r — стандартное отклонение повторяемости, приведенное в таблицах 3 — 6.

При повторном несоответствии полученных результатов нормативу за результат анализа принимают медиану $2n$ результатов параллельных определений либо выполнение анализов прекращают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

4.3.2 Контроль прецизионности в условиях промежуточной (с изменяющимися факторами оператора и времени) прецизионности

При контроле промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности абсолютное значение разности двух результатов анализа $|X_1 — X_2|$ одной и той же пробы не должно превышать предел промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности $I(TO)$ т.е. с доверительной вероятностью $P = 0,95$ должно выполняться условие

$$|X_1 - X_2| \le I(TO). \quad (5)$$

Значения $I(TO)$ приведены в таблицах 3 — 6.

Если указанное соотношение не выполняется, выполнение анализов прекращают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

4.3.3 Контроль воспроизводимости

При контроле воспроизводимости абсолютное значение разности двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях, не должно превышать предел воспроизводимости R. Значения R приведены в таблицах 3 — 6. При превышении предела воспроизводимости R анализ повторяют в обеих лабораториях. При повторном превышении предела воспроизводимости R выполнение анализов прекращают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

4.3.4 Контроль правильности результатов анализа

Контроль правильности результатов анализа проводят путем анализа контрольных образцов. В качестве контрольных образцов могут быть использованы не используемые для градуировки стандартные образцы состава золота, а также образцы золота с ранее установленными массовыми долями примесей.

Абсолютное значение разности результата анализа контрольного образца X и принятого опорного (аттестованного) значения $X_{ат}$ не должно превышать критическое значение K, т.е. с доверительной вероятностью $P = 0,95$ должно выполняться условие

$$|X - X_{ат}| \le K. \quad (6)$$

Критическое значение K вычисляют по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{ат}^2 + \Delta^2}, \quad (7)$$

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

Δ — граница интервала, в котором с вероятностью $P = 0,95$ находят погрешность результата анализа X. Значения Δ приведены в таблицах 3 — 6.

Показатели точности методов анализа — стандартные отклонения повторяемости (сходимости) S_r, промежуточной (с изменяющимися факторами оператора и времени) прецизионности $S_{I(TO)}$, воспроизводимости S_R, границы интервала $\pm\Delta$, в котором погрешность находится с вероятностью $P = 0,95$, критические диапазоны $CR_{0,95}(n)$ для n параллельных определений, значения пределов повторяемости (сходимости) r для двух параллельных определений, промежуточной (с изменяющимися факторами оператора и времени) прецизионности $I\ (TO)$ и воспроизводимости R при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблицах 3 — 6 для методов атомно-эмиссионного анализа с дуговым или искровым возбуждением спектра, с индуктивно связанной плазмой и метода атомно-абсорбционного анализа.

Таблица 3 — Показатели точности атомно-эмиссионных с дуговым и искровым возбуждением спектра методов анализа ($P = 0,95$)

В процентах

Массовая доля определяемых элементов	Показатель точности метода анализа							
	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	Границы интервала погрешности $\pm\Delta$	Критический диапазон $CR_{0,95}(4)$	Критический диапазон $CR_{0,95}(5)$	Предел промежуточной прецизионности $I(TO)$	Предел воспроизводимости R
0,00010	0,00002	0,00003	0,000035	0,00007	0,00007	0,00008	0,00008	0,00010
0,00020	0,00004	0,00006	0,000073	0,00014	0,00015	0,00015	0,00017	0,00020
0,00050	0,00007	0,00011	0,00013	0,00025	0,00025	0,00027	0,00030	0,00036
0,00100	0,00011	0,00022	0,00026	0,00051	0,00040	0,00042	0,00060	0,00070
0,0020	0,0003	0,0005	0,0006	0,0012	0,0011	0,0011	0,0015	0,0018
0,0050	0,0005	0,0007	0,0009	0,0018	0,0018	0,0019	0,0020	0,0024
0,0100	0,0008	0,0014	0,0017	0,0033	0,0029	0,0030	0,0040	0,0048
0,0200	0,0014	0,0022	0,0026	0,0051	0,0051	0,0053	0,0060	0,0072

Таблица 4 — Показатели точности атомно-эмиссионного с индуктивно связанной плазмой метода анализа при введении пробы из раствора ($P = 0,95$)

В процентах

Массовая доля определяемых элементов	Показатель точности метода анализа							
	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	Границы интервала погрешности $\pm\Delta$	Предел повторяемости r	Критический диапазон $CR_{0,95}(4)$	Предел промежуточной прецизионности $I(TO)$	Предел воспроизводимости R
0,00010	0,00003	0,00003	0,00004	0,00008	0,00008	0,00011	0,00008	0,00010
0,00020	0,00005	0,00005	0,00006	0,00012	0,00014	0,00019	0,00014	0,00017
0,00050	0,0001	0,0001	0,00012	0,00024	0,00028	0,00036	0,00028	0,00033
0,00100	0,00015	0,00015	0,00017	0,00034	0,00042	0,00054	0,00042	0,00047
0,0020	0,0002	0,0002	0,0003	0,0006	0,0005	0,0007	0,0005	0,0008
0,0050	0,0003	0,0003	0,0004	0,0008	0,0008	0,0011	0,0008	0,0010

Окончание таблицы 4

Массовая доля определяемых элементов	Показатель точности метода анализа							
	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	Границы интервала погрешности ± Δ	Предел повторяемости r	Критический диапазон $CR_{3\,95}(4)$	Предел промежуточной прецизионности $I(TO)$	Предел воспроизводимости R
0,0100	0,0005	0,0005	0,0006	0,0012	0,0014	0,0018	0,0014	0,0017
0,0200	0,001	0,001	0,0012	0,0024	0,0028	0,0036	0,0028	0,0033
0,050	0,002	0,002	0,003	0,006	0,005	0,0073	0,006	0,008

Таблица 5 — Показатели точности атомно-эмиссионного с индуктивно связанной плазмой метода анализа с искровым отбором пробы (P = 0,95)

В процентах

Массовая доля определяемых элементов	Показатель точности метода анализа						
	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	Границы интервала погрешности ± Δ	Предел повторяемости r	Предел промежуточной прецизионности I (TO)	Предел воспроизводимости R
0,00005	0,000022	0,000022	0,000025	0,00005	0,00006	0,00006	0,00007
0,00010	0,000035	0,000035	0,000043	0,00009	0,00010	0,00010	0,00012
0,00020	0,00006	0,00006	0,000076	0,00015	0,00017	0,00017	0,00021
0,00050	0,00014	0,00014	0,00018	0,0004	0,0004	0,0004	0,0005
0,00100	0,00016	0,00016	0,00020	0,00040	0,00045	0,00045	0,00055
0,0020	0,00022	0,00022	0,00025	0,0005	0,0006	0,0006	0,0007
0,0050	0,00036	0,00043	0,00050	0,0010	0,0010	0,0012	0,0014
0,0100	0,00042	0,00055	0,00090	0,0018	0,0012	0,0020	0,0024
0,0250	0,00065	0,0014	0,0018	0,004	0,0018	0,004	0,005

Таблица 6 — Показатели точности атомно-абсорбционного метода анализа (P = 0,95)

В процентах

Массовая доля определяемых элементов	Показатель точности метода анализа						
	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	Границы интервала погрешности ± Δ	Предел повторяемости r	Предел промежуточной прецизионности I (TO)	Предел воспроизводимости R
0,00010	0,00002	0,00002	0,00003	0,00006	0,00005	0,00005	0,00008
0,00030	0,00004	0,00004	0,00005	0,00010	0,00011	0,00011	0,00014
0,00050	0,00010	0,00010	0,00015	0,00030	0,00028	0,00028	0,00042

Окончание таблицы 6

Массовая доля определяемых элементов	Показатель точности метода анализа						
	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$	Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	Границы интервала погрешности $\pm\Delta$	Предел повторяемости r	Предел промежуточной прецизионности $I\ (TO)$	Предел воспроизводимости R
0,0010	0,0001	0,0001	0,00015	0,00030	0,00028	0,00028	0,00042
0,0030	0,0002	0,0003	0,0004	0,0008	0,0005	0,0008	0,0011
0,0050	0,0004	0,0004	0,0006	0,0012	0,0011	0,0011	0,0017
0,0100	0,0008	0,0010	0,0012	0,0024	0,0022	0,0028	0,0033
0,020	0,001	0,002	0,003	0,006	0,003	0,006	0,008

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

$$A_x = A_н + (X - C_н)\frac{A_в - A_н}{C_в - C_н}, \quad (8)$$

где A_x — значение показателя точности для результата анализа X;

X — результат анализа;

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

$C_н$, $C_в$ — нижняя и верхняя границы поддиапазона содержаний, в котором находится результат анализа.

5 Требования

5.1 Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ Р 52599.

5.2 К выполнению анализа допускаются лица не моложе 18 лет, обученные в установленном порядке и освоившие соответствующие методы анализа.

5.3 Аффинированное золото может поступать на анализ в виде слитков произвольной формы, литых стержней диаметром от 6 до 8 мм, длиной от 20 до 70 мм; проката (ленты) длиной не более 200 мм, шириной не менее 15 мм, толщиной от 0,1 до 0,2 мм, а также в виде стружки, проволоки, гранул, губки или порошка.

5.4 Отбор проб для анализа проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 28058.

6 Методы атомно-эмиссионного анализа

6.1 Метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением и фотографической регистрацией спектра

Метод основан на испарении и возбуждении атомов пробы в дуговом разряде, фотографической регистрации спектра, измерении плотности почернений аналитических спектральных линий определяемых элементов и последующем определении массовых долей элементов-примесей по градуировочным характеристикам.

Метод позволяет определять массовые доли примесей в диапазонах, приведенных в таблице 1, с показателями точности метода анализа, приведенными в таблице 3.

6.1.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы и растворы

Спектрограф с обратной линейной дисперсией не более 0,6 нм/мм, трехлинзовой системой освещения щели, спектральной областью диапазоном от 170 до 700 нм.

Генератор дуги постоянного или переменного тока силой до 15 А.

Спектропроектор.

Микрофотометр (микроденситометр).

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

Печь сопротивления.

Напильники бархатные.

Кусачки.

Стаканы В1-100 ТС по ГОСТ 25336.

Плита электрическая с закрытой спиралью.

Станок для заточки графитовых электродов.

Графит марки МПГ-7 по [1].

Стержни графитовые для спектрального анализа диаметром 6 мм, длиной 200 мм по [2].

Электроды верхние диаметром 6 мм, длиной от 30 до 40 мм, заточенные на усеченный конус с площадкой от 1,5 до 2 мм или полусферу.

Электроды нижние диаметром 6 мм, длиной от 30 до 40 мм с кратером диаметром 2 мм и глубиной 1 мм.

Тигли графитовые диаметром 12 мм, высотой 15 мм с кратером диаметром 6 мм и глубиной 12 мм, изготовленные из графита марки МПГ-7 (допускается использование тиглей диаметром 26 мм, высотой 32 мм с кратером диаметром 20 мм и глубиной 28 мм или 17 × 25 мм с кратером глубиной 15 мм).

Фотопластинки фотографические спектрографические ПФС-03 по [3].

Проявитель и фиксаж для фотопластинок.

Кислота соляная ос. ч. по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Пинцет хирургический.

Ткань хлопчатобумажная по ГОСТ 29298.

Вата медицинская по ГОСТ 5556.

Бумага масштабно-координатная по ГОСТ 334.

ГСО состава аффинированного золота.

Образцы для градуировки.

Образцы для контроля.

Допускается применение других оборудования, материалов и реактивов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 3.

6.1.2 Подготовка к анализу

6.1.2.1 На анализ пробы поступают в виде стружки, проволоки, ленты, гранул, губки, порошка массой не менее 5 г или двух литых стержней.

Торцы стержней затачивают на полусферу и обрабатывают бархатным напильником до получения гладкой поверхности.

6.1.2.2 Поверхность золота очищают: пробы (стержни) помещают в стакан, прибавляют 10—20 $см^3$ (для стержней 50 $см^3$) раствора соляной кислоты (1:1) и кипятят в течение 5 — 10 мин. Раствор сливают и промывают водой 6 — 7 раз декантацией. Таким же образом обрабатывают стандартные (градуировочные) образцы.

Пробы в виде губки или порошка химической очистке не подвергают.

От каждой пробы (кроме проб в виде литых стержней) отбирают по восемь навесок, от каждого стандартного образца — по четыре навески массой 200 мг каждая.

6.1.2.3 Каждую очищенную навеску пробы или стандартного (градуировочного) образца помещают в кратер нижнего электрода.

Допускается предварительное сплавление навески пробы или стандартного (градуировочного) образца в графитовом тигле в королек. Корольки протирают ватным тампоном, смоченным спиртом, и помещают в кратер нижнего электрода.

Электрод с навеской устанавливают в нижний электрододержатель штатива. В верхний электрододержатель устанавливают электрод, заточенный на усеченный конус или полусферу.

Пробы и стандартные образцы в виде литых стержней служат верхними и нижними электродами.

6.1.2.4 Подготовка приборов к работе — по эксплуатационным документам приборов.

6.1.2.5 Электрододержатели, весы и другие приспособления протирают тканью, смоченной спиртом.

6.1.3 Проведение анализа

6.1.3.1 Межэлектродный промежуток от 1,5 до 2,5 мм устанавливают по промежуточной диафрагме высотой 5 мм, поддерживая постоянным все время экспозиции.

Между электродами зажигают дугу и фотографируют спектры с помощью спектрографа.

Условия фотографирования приведены в таблице 7.

Таблица 7 — Условия фотографирования

Дуга переменного тока					Ширина щели, мм	Экспозиция, с, для соответствующей области спектра		
Частота разрядов, Гц	Фиксированное значение фазы поджига, °С		Сила тока, А			Обжиг*	менее 290 нм	более 290 нм
100	60		5 — 6		0,015	15	60	45
Дуга постоянного тока								
Частота разрядов, Гц	Фиксированное значение фазы поджига, °С	Полярность	Индуктивность, мкГ	Сила тока, А				
100	60	+	2000	5 — 6	0,015	15	60	45
* Обжиг применяют при анализе проб в виде литых стержней.								

Допускается использование других режимов при условии получения показателей точности, не уступающих приведенным в таблице 1.

6.1.3.2 Фотографирование спектров стандартных образцов и проб проводят в двух областях спектра: менее 290 нм и более 290 нм. Для каждой области спектра получают по две спектрограммы каждого стандартного образца и по четыре спектрограммы каждой пробы.

6.1.3.3 Экспонированные фотопластинки проявляют, промывают, фиксируют, промывают в проточной воде и сушат.

При содержании серебра и меди более 0,003 % анализ проводят в соответствии с 6.1.3.1 — 6.1.3.3 на отдельных навесках, спектры фотографируют через трехступенчатый ослабитель.

6.1.4 Обработка результатов анализа

На каждой спектрограмме измеряют почернения аналитической линии определяемого элемента $S_{л+ф}$ (таблица 8) и близлежащего фона $S_ф$ (минимальное почернение рядом с аналитической линией с любой стороны, но с одной и той же во всех спектрах на одной фотопластинке) или линии сравнения $S_{ср}$. Вычисляют разность почернений $\Delta S = S_{л+ф} - S_ф$ ($S_{ср+ф}$). По значениям ΔS_1 и ΔS_2, полученным по двум спектрограммам для каждого стандартного образца, находят среднеарифметическое значение $\overline{\Delta S}$. От средних значений $\overline{\Delta S}$ для стандартных образцов и ΔS, полученных по четырем спектрограммам для каждой анализируемой пробы, переходят к значениям логарифмов относительной интенсивности $\lg(I_л/I_ф)$ по таблице А.1 приложения А. Используя значения $\lg C$ и $\lg(I_л/I_ф)$, полученные для стандартных образцов, строят на масштабно-координатной бумаге градуировочный график в координатах $[\lg C \div \lg(I_л/I_ф)]$, где C — массовая доля определяемой примеси в стандартном образце. По четырем значениям $\lg(I_л/I_ф)_1 \div \lg(I_л/I_ф)_4$ полученным по четырем спектрограммам для каждого определяемого элемента, находят по графику значения x — логарифма значения массовой доли. По формуле $C = 10^x$ вычисляют значения массовых долей примеси — результаты параллельных определений.

Таблица 8 — Аналитические линии и диапазон определяемых массовых долей

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Элемент сравнения	Массовая доля, %
Алюминий	308,22	Фон	0,0001 — 0,005
	308,22	Фон	0,0001 — 0,01*
	309,27	Фон	0,0002 — 0,01
	396,15	Фон	0,0001 — 0,005
Висмут	306,77	Фон	0,0001 — 0,01
	306,77	Фон	0,0001 — 0,01*
Галлий	294,364	Фон	0,0002 — 0,01*
Железо	259,84	Фон	0,0003 — 0,02
	259,94	Фон	0,0003 — 0,005
	259,94	Фон	0,0002 — 0,002*
	302,06	Фон	0,0003 — 0,005
	358,12	Фон	0,0005 — 0,02
Индий	303,94	Фон	0,0002 — 0,01
	325,61	Фон	0,0002 — 0,01
	325,61	Фон	0,0001 — 0,01*
	410,18	Фон	0,0002 — 0,01
	451,13	Фон	0,0002 — 0,01
Иридий	266,48	Фон	0,001 — 0,01
	269,42	Фон	0,001 — 0,01
	322,08	Фон	0,001 — 0,01
	351,36	Фон	0,001 — 0,01
	322,08	Фон	0,0001 — 0,01*
Кадмий	326,11	Фон	0,0002 — 0,005
	326,11	Фон	0,0001 — 0,01*
	228,80	Фон	0,0002 — 0,003
	298,06	Фон	0,0002 — 0,003
	361,28	Фон	0,0002 — 0,003
Кальций	317,93	Фон	0,0003 — 0,01
	315,89	Фон	0,0002 — 0,01*
	393,37	Фон	0,0003 — 0,01
	422,67	Фон	0,0003 — 0,01
Кобальт	340,51	Фон	0,0001 — 0,003
	340,92	Фон	0,0001 — 0,01*
	345,35	Фон	0,0001 — 0,003
	346,58	Фон	0,0001 — 0,003

Продолжение таблицы 8

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Элемент сравнения	Массовая доля, %
Кремний	288,16	Фон	0,0002 — 0,01
	288,16	Фон	0,0001 — 0,01*
Магний	277,98	Фон	0,0002 — 0,005
	279,55	Фон	0,0002 — 0,005
	280,27	Фон	0,001—0,005
	285,21	Фон	0,0002 — 0,01
Марганец	279,48	Фон	0,0001 — 0,01
	257,61	Фон	0,0001 — 0,01
	280,11	Фон	0,0001—0,005
	403,45	Фон	0,0001—0,005
Медь	324,75	Фон	0,0001 — 0,001
	324,75	Фон	0,0001 — 0,02*
	327,40	Au 330,83	0,0001 — 0,004
	327,40		0,003—0,02
Мышьяк	234,98	Фон	0,0005 — 0,001
	234,98	Фон	0,0001 — 0,01*
	189,04	Фон	0,0005 — 0,001
	228,81	Фон	0,0005 — 0,01
	278,02	Фон	0,001 — 0,01
	305,43	Фон	0,0001 — 0,005
Никель	305,43	Фон	0,0001 — 0,01*
	341,48	Фон	0,0001 — 0,005
	361,94	Фон	0,0001 — 0,005
Олово	283,99	Фон	0,0001 — 0,01
	175,79	Фон	0,0002 — 0,01
	317,50	Фон	0,0002 — 0,01
	326,23	Фон	0,0002 — 0,01
Палладий	324,27	Фон	0,0003 — 0,01
	324,27	Фон	0,0001 — 0,02*
	340,46	Фон	0,0003 — 0,02
	342,21	Фон	0,0003 — 0,02
Платина	265,94	Фон	0,0008 — 0,01
	265,94	Фон	0,0001 — 0,02*
	531,88, второй порядок	Фон	0,0008 — 0,02
Родий	339,68	Фон	0,0001 — 0,003
	332,31	Фон	0,0001 — 0,003
	343,49	Фон	0,0001 — 0,005
	343,49	Фон	0,0001 — 0,01*

Окончание таблицы 8

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Элемент сравнения	Массовая доля, %
Свинец	261,42	Фон	0,0002 — 0,01
	261,42	Фон	0,0001 — 0,01*
	266,32	Фон	0,005 — 0,01
	283,31	Фон	0,0002 — 0,01
	405,78	Фон	0,0002 — 0,01
Селен	196,09	Фон	0,0002 — 0,002
	203,98	Фон	0,0002 — 0,002
	241,35	Фон	0,0002 — 0,002
	391,12	Фон	0,0002 — 0,002
Серебро	328,07	Фон	0,0001 — 0,004
	328,07	Фон Au 330,883	0,0001 — 0,02*
	328,07		0,002—0,02
	338,29	Фон	0,0001 — 0,02
Сурьма	259,81	Фон	0,0002 — 0,01
	259,81	Фон	0,0001 — 0,01*
	217,58	Фон	0,0001 — 0,01
	287,79	Фон	0,0001 — 0,01
	519,62	Фон	0,0001 — 0,01
Теллур	238,58	Фон	0,001 — 0,005
	238,58	Фон	0,0001 — 0,01*
	214,27	Фон	0,001 — 0,003
Титан	334,90	Фон	0,0001 — 0,003
	324,20	Фон	0,0001 — 0,01*
	336,12	Фон	0,0001 — 0,003
	498,17	Фон	0,0001 — 0,003
Хром	276,66	Фон	0,0001 — 0,003
	276,66	Фон	0,0001 — 0,01
	301,49	Фон	0,0001 — 0,003
	425,43	Фон	0,0001 — 0,005
Цинк	213,85	Фон	0,0002 — 0,001
	328,23	Фон	0,0002 — 0,001
	330,26	Фон	0,0002 — 0,001
	330,29	Фон	0,0002 — 0,001
	334,50	Фон	0,0002 — 0,01

* С использованием МАЭС.

Примечание — В случае повышенного содержания нижеуказанных элементов возможны наложения на следующие линии, нм: на In 303,94 — Cr 303,93; на Ir 266,48 — Cr 266,48; на Ir 269,42 — Cr 269,42; Fe 269,42; Co 269,42; Rh 269,42; возможна линия основы Au 269,43; на Cd 298,06 — Cr 298,08; Fe 298,09; Pd 298,06; на Co 340,51 — Ti 340,51; на Co 340,92 — Ti 340,92; на As 228,81 — Fe 228,80; на As 278,02 — Cr 278,03; на Rh 332,31 — Ti 332,29; Fe 332,31; на Pb 266,315 — Cr 266,32; на Pb 283,310 — Au 283,303; на Se 241,35 — Ir 241,331; Fe 241,33; на Mg 277,98 — Sn 277,981; на Pd 342,12 — Rh 342,12.

Допускается использование других линий, а также выполнение процедуры построения градуировочных графиков с применением соответствующих программ вычислительной техники при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение четырех (восьми) результатов параллельных определений, при условии выполнения требований раздела 4.

6.2 Метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением и фотоэлектрической регистрацией спектра

Метод основан на испарении и возбуждении атомов пробы в дуговом разряде, фотоэлектрической регистрации спектра, измерении интенсивности аналитических спектральных линий определяемых элементов и последующем определении массовых долей элементов-примесей по градуировочным характеристикам.

Метод позволяет определять массовые доли примесей в диапазонах, приведенных в таблице 1, с показателями точности, приведенными в таблице 3.

6.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Спектрометр оптический эмиссионный с обратной линейной дисперсией не более 0,6 нм/мм, спектральной областью диапазоном 170 — 500 нм, в случае полихроматора (квантометр), имеющий не менее 30 каналов, или спектрограф с обратной линейной дисперсией не более 0,6 нм/мм, спектральной областью, диапазоном 170 — 500 нм и регистрацией на диодную матрицу (МАЭС).

Генератор дуги постоянного или переменного тока силой до 15 А.

Анализатор многоканальный атомно-эмиссионных спектров (МАЭС).

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

Печь сопротивления.

Станок для заточки графитовых электродов.

Графит для спектрального анализа ос. ч. 7 — 3, диаметром 6 мм, длиной 200 мм по [1].

Графит для спектрального анализа ос. ч. 7 — 3, диаметром 12 мм, длиной 200 мм по [1].

Тигли графитовые высотой 15 мм с кратером диаметром 6 мм, глубиной 12 мм, выточенные из графитовых стержней ос. ч. 7 — 3, диаметром 12 мм (допускается использование тиглей высотой 32 мм, диаметром 26 мм с кратером диаметром 20 мм, глубиной 28 мм или 17 × 25 мм с кратером глубиной 15 мм).

Электроды графитовые верхние длиной 30 — 40 мм, выточенные из графитовых стержней ос. ч. 7 — 3, диаметром 6 мм, заточенные на усеченный конус с площадкой 1,5 —2 мм или полусферу.

Электроды графитовые нижние длиной 30 — 40 мм с кратером глубиной 1 мм, диаметром 2 мм, выточенные из графитовых стержней ос. ч. 7 — 3, диаметром 6 мм.

Плита электрическая с закрытой спиралью.

Стаканы В1-100 ТС по ГОСТ 25336.

Кислота соляная ос. ч. по ГОСТ 14261.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Пинцет хирургический.

Кусачки.

Ткань хлопчатобумажная по ГОСТ 29298.

Вата медицинская по ГОСТ 5556.

ГСО состава аффинированного золота.

Образцы для градуировки.

Образцы для контроля.

Допускается применение других оборудования, материалов, реактивов и стандартных образцов состава при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 1.

6.2.2 Подготовка к анализу

Подготовка проб и прибора к анализу — по 6.1.2.2.

6.2.3 Проведение анализа

Рабочие режимы устанавливают согласно аналитической программе либо по 6.1.3.

Длины волн аналитических линий приведены в таблице 7.

6.2.4 Обработка результатов анализа

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение четырех (восьми) результатов параллельных определений, при условии выполнения требований раздела 4.

6.3 Метод атомно-эмиссионного анализа с искровым возбуждением и фотоэлектрической регистрацией спектра

Метод основан на испарении и возбуждении атомов пробы в искровом разряде, фотоэлектрической регистрации спектра, измерении интенсивности аналитических спектральных линий определяемых элементов и фона. Связь интенсивности линий с содержанием элементов в пробе устанавливают с помощью градуировочных характеристик.

Метод позволяет определять содержание примесей в диапазонах, приведенных в таблице 2.

Показатели точности метода анализа приведены в таблице 3.

6.3.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Спектрометр оптический эмиссионный с обратной линейной дисперсией не более 0,6 нм/мм, спектральной областью диапазоном 175 — 700 нм, в случае полихроматора (квантометр), имеющий не менее 30 каналов с искровым источником возбуждения спектра.

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

Печь сопротивления.

Станок фрезерный.

Пресс.

Пресс-форма стальная с матрицей внутренним диаметром 40 мм.

Плита электрическая с закрытой спиралью.

Пинцет хирургический.

Кусачки.

Стаканы В-1-100ТС по ГОСТ 25336.

Графит марки МПГ-7 по [1].

Тигли графитовые диаметром 26 мм, высотой 30 мм с кратером диаметром 20 мм, глубиной 25 мм, изготовленные из графита марки МПГ-7.

Кислота соляная ос. ч. по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Ткань хлопчатобумажная по ГОСТ 29298.

Вата медицинская по ГОСТ 5556.

ГСО состава аффинированного золота.

Образцы для градуировки.

Образцы для контроля.

Допускается применение других оборудования, материалов и реактивов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 3.

6.3.2 Подготовка к анализу

6.3.2.1 Пробы в виде слитков, ленты, пластин протирают тканью, смоченной спиртом.

6.3.2.2 От каждой пробы стружки, проволоки, гранул, губки или порошка отбирают навеску массой не менее 10 г. Для удаления поверхностных загрязнений пробу (кроме порошка и губки) очищают по 6.1.2.2.

Каждую навеску помещают в тигель и сплавляют. Полученный слиток помещают в пресс-форму и прессуют с усилием 400 кН. Поверхность полученных таблеток очищают по 6.1.2.2.

Поверхность проб (слитков, проката, таблеток) должна быть плоской и гладкой, без отслоений (при необходимости поверхность фрезеруют).

Допускается прессование проб губки, стружки или порошка без предварительного сплавления. В этом случае масса навески должна быть не менее 30 г.

6.3.2.3 Подготовка спектрометра — по эксплуатационным документам прибора.

6.3.2.4 Электрододержатели, весы и другие приспособления протирают тканью, смоченной спиртом.

6.3.3 Проведение анализа

Рабочие режимы устанавливают согласно аналитической программе прибора:

частота — 300 Гц;

емкость — 5 мкФ;

индуктивность — 130 мкГн;

время интеграции — 10 с.

Допускается использование других режимов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 3.

Подготовленную пробу (таблетку или слиток) помещают на аналитический столик и подвергают воздействию искрового разряда в пяти местах. Контр-электродом служит вольфрамовый стержень.

Длины волн аналитических линий и фона приведены в таблице 9.

Таблица 9 — Длины волн аналитических линий и фона

В нанометрах

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии	Фон на длине волны	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии	Фон на длине волны
Алюминий	396,15	310,50	Никель	361,93	310,50
Висмут	405,78	310,50	Олово	175,79	310,50
Железо	259,94	310,50	Палладий	340,45	310,50
Индий	410,18	310,50	Платина*	531,89	310,50
Иридий	351,36	310,50	Родий	343,49	310,50
Кадмий	228,80	200,86	Свинец	405,78	310,50
Кальций	422,67	310,50	Селен	196,09	200,86
Кобальт	345,35	310,50	Серебро	338,29	310,50
Кремний	288,16	310,50	Сурьма**	206,84	200,86
Магний	285,21	310,50	Теллур	214,27	310,50
Марганец	403,45	310,50	Титан	498,17	310,50
Медь	324,75	310,50	Хром	425,43	310,50
Мышьяк	234,98	200,86	Цинк	213,86	200,86

* Во втором порядке решетки.
** Сурьма 519,62 нм во втором порядке решетки.

Допускается использование других линий при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 3.

6.3.4 Обработка результатов анализа

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение пяти (десяти) результатов параллельных определений при условии выполнения требований раздела 4.

6.4 Метод атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой

Метод основан на возбуждении атомов предварительно переведенной в раствор пробы в индуктивно связанной плазме и измерении интенсивности аналитической спектральной линии определяемого элемента.

При распылении раствора анализируемой пробы в плазму связь интенсивности линии с массовой долей элемента в растворе устанавливают с помощью градуировочной характеристики.

Метод позволяет определять массовые доли примесей в диапазонах, приведенных в таблице 2, с показателями точности метода анализа, приведенными в таблице 4.

6.4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы и растворы

Спектрометр атомно-эмиссионный с индуктивно связанной плазмой, с обратной линейной дисперсией не хуже 0,03 нм/мм и фотоэлектрической регистрацией интенсивности излучения. Спектрометр должен обеспечивать учет фона рядом с используемыми аналитическими линиями.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,0001 г.

Плита электрическая с закрытой спиралью.

Печь муфельная с температурой нагрева до 1000 °С.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Пипетки 1-1-1-1; 1-1-1-2; 1-1-1-5; 1-1-1-10 по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 1-25-2; 1-50-2; 1-100-2; 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

Мензурки вместимостью 25, 50, 100. 250 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1-10-1; 1-50-1 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1-50 ТХС; В-1-100 ТХС; В-1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронки В-75-170 ХС по ГОСТ 25336.

Воронки делительные ВД-1-100 ХС, ВД-1-500 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканы тефлоновые с крышками вместимостью 50, 100 $см^3$.

Банки полиэтиленовые вместимостью 100 $см^3$.

Стекла часовые.

Ступка агатовая.

Тигли корундовые.

Тигли стеклоуглеродные вместимостью 50 $см^3$.

Пинцет медицинский.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента», «белая лента» по [4].

Вода дистиллированная, дополнительно очищенная перегонкой или пропусканием через ионообменные колонки.

Кислота азотная ос. ч. по ГОСТ 11125 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная ос. ч. по ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1, 1:3, 1:5, 1:7, 1:24.

Кислота серная ос. ч. по ГОСТ 14262 и разбавленная 1:1.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Бария перекись ос. ч. по [5].

Калия гидроксид по ГОСТ 24363 и растворы концентрацией 500 г/$дм^3$ и 5 г/ $дм^3$.

Золото высокой чистоты (с массовыми долями определяемых примесей, не превышающими нижние границы диапазона, указанные в таблице 2.

Золото по ГОСТ 6835 или ГОСТ 28058.

Серебро по ГОСТ 6836 или ГОСТ 28595.

Платина по ГОСТ Р 52245.

Палладий по ГОСТ Р 52244.

Родий в порошке по ГОСТ 12342.

Медь по ГОСТ 859.

Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610.

Свинец высокой чистоты по ГОСТ 22861 или ГОСТ 3778.

Цинк по ГОСТ 3640.

Никель по ГОСТ 849.

Олово по ГОСТ 860.

Сурьма по ГОСТ 1089.

Кремний монокристаллический в слитках по ГОСТ 19658 или кремния диоксид по ГОСТ 9428.

Кобальт по ГОСТ 123.

Титан губчатый по ГОСТ 17746.

Алюминий по ГОСТ 11069.

Магний по ГОСТ 804.

Висмут по ГОСТ 10928.

Марганец металлический по ГОСТ 6008 марки Мн 998.

Хром по ГОСТ 5905.

Мышьяк металлический ос. ч. по [6].

Теллур по ГОСТ 17614.

Кадмий по ГОСТ 1467.

Скандий.

Бис(2-бутоксиэтиловый) эфир (дибутилкарбитол) по [7], насыщенный хлористым водородом: 200 см³ дибутилкарбитола помещают в делительную воронку вместимостью 500 см³, приливают 100 см³ раствора соляной кислоты (1:7) и встряхивают в течение 3 мин. После расслаивания водную фазу сливают в делительную воронку, вновь приливают 100 см³ раствора соляной кислоты (1:7) и повторяют операцию насыщения дибутилкарбитола.

Чистота используемых металлов и реактивов — не менее 99,9 %, если не указано иначе.

ГСО состава аффинированного золота.

Образцы для градуировки.

Образцы для контроля.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 4.

6.4.2 Подготовка к анализу

6.4.2.1 Приготовление растворов

6.4.2.1.1 Приготовление основных растворов с массовой концентрацией серебра и кремния 1 мг/см³, скандия — 0,1 мг/см³ и остальных металлов — 2 мг/см³

Раствор, содержащий 2 мг/см³ родия: навеску родия массой 200,0 мг тщательно перемешивают с 5-кратным количеством перекиси бария, перетирают в агатовой ступке, переносят в корундовый тигель и спекают в течение 2 — 3 ч при температуре 800 °С — 900 °С (тигель ставят в холодную муфельную печь). Спек охлаждают до комнатной температуры, переносят в стакан вместимостью 250 см³, смачивают водой и растворяют в растворе соляной кислоты (1:1) до полного растворения. Если после растворения спека в растворе соляной кислоты остается осадок, спекание и растворение повторяют. Полученный раствор разбавляют водой до объема 50 см³ и осаждают сульфат бария добавлением раствора серной кислоты (1:9) порциями при постоянном перемешивании. Раствор нагревают до температуры 60 °С —70 °С. Через 2 — 3 ч проверяют полноту осаждения сульфата бария, добавляя к раствору несколько капель концентрированной серной кислоты, и отфильтровывают через фильтр «синяя лента» или двойной фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок на фильтре промывают 4 — 5 раз горячим раствором соляной кислоты (1:5), а затем 5 — 6 раз горячей водой. Раствор доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Раствор, содержащий 1 мг/см³ серебра: навеску серебра массой 100,0 мг растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты (1:1) при нагревании, затем прибавляют 50 см³ соляной кислоты и кипятят до полного растворения осадка хлорида серебра. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:1) и перемешивают.

Растворы, содержащие по 2 мг/см³ платины, сурьмы, мышьяка, теллура и олова: навеску каждого из перечисленных металлов массой 200,0 мг растворяют в смеси азотной и соляной кислот (1:3) при нагревании. Раствор упаривают до объема 2 — 3 см³, прибавляют 20 см³ раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

Растворы, содержащие по 2 мг/см³ железа, меди, висмута и никеля: навеску каждого из перечисленных металлов массой 200,0 мг растворяют в 10 см³ азотной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор упаривают до объема 2 — 3 см³, прибавляют 20 см³ раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

Раствор, содержащий 2 мг/см³ свинца: навеску свинца массой 200,0 мг растворяют в 10 см³ раствора азотной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор, содержащий 2 мг/см³ палладия: навеску палладия массой 200,0 мг растворяют в 20 см³ азотной кислоты при нагревании. Раствор упаривают до объема 2 — 3 см³, прибавляют 20 см³ раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

Растворы, содержащие по 2 мг/см³ алюминия, кадмия, хрома, марганца, кобальта, титана и цинка: навеску каждого из перечисленных металлов массой 200,0 мг растворяют в 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Раствор, содержащий 2 мг/см³ магния: навеску магния массой 200,0 мг растворяют в 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Раствор, содержащий 1 мг/см³ кремния: навеску кремния массой 100,0 мг растворяют в 20 см³ раствора гидроксида калия концентрацией 500 г/дм³ в тефлоновом стакане, закрытом крышкой, при сильном нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором гидроксида калия концентрацией 5 г/дм³ и сразу переносят в полиэтиленовую банку.

Раствор, содержащий 0,1 мг/см³ скандия: навеску скандия массой 100,0 мг растворяют в 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Допускается использование других методик приготовления основных растворов, а также использование готовых стандартных и аттестованных растворов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 4.

6.4.2.1.2 Приготовление промежуточных растворов

Готовят промежуточные растворы, содержащие платину, палладий, родий, висмут, мышьяк, олово, свинец, сурьму, хром и теллур.

Раствор А: пипеткой отбирают по 5 см³ основных растворов перечисленных металлов и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Значение массовой концентрации каждого из перечисленных элементов в растворе составляет 100,0 мкг/см³.

Раствор Б: пипеткой отбирают 10 см³ раствора А и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Значение массовой концентрации каждого из перечисленных элементов в растворе составляет 10,0 мкг/см³.

Готовят промежуточные растворы, содержащие алюминий, железо, кадмий, кобальт, магний, марганец, медь, никель, титан и цинк.

Раствор $А_1$: пипеткой отбирают по 5 см³ основных растворов алюминия, железа, кадмия, кобальта, магния, марганца, меди, никеля, титана и цинка и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Значение массовой концентрации каждого из перечисленных элементов в растворе составляет 100,0 мкг/см³.

Раствор $Б_1$: пипеткой отбирают 10 см³ раствора $А_1$ и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Значение массовой концентрации каждого из перечисленных элементов в растворе составляет 10,0 мкг/см³.

Готовят промежуточные растворы, содержащие кремний.

Раствор $А_2$: пипеткой отбирают 10 см³ основного раствора кремния и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора доводят до метки водой и сразу переносят в полиэтиленовую банку.

Значение массовой концентрации кремния в растворе составляет 100,0 мкг/см³.

Раствор $Б_2$: пипеткой отбирают 10 см³ раствора $А_2$ и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора доводят до метки водой и сразу переносят в полиэтиленовую банку.

Значение массовой концентрации кремния в растворе составляет 10,0 мкг/см³.

Готовят промежуточные растворы, содержащие серебро, палладий, платину, родий.

Раствор $А_3$: пипеткой отбирают 10 см³ основного раствора серебра и по 5 см³ основных растворов палладия, платины и родия, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора доводят до метки раствором соляной кислоты (1:3) и перемешивают.

Значение массовой концентрации каждого из перечисленных элементов в растворе составляет 100,0 мкг/см³.

6.4.2.1.3 Требования к маркировке и условиям хранения основных и промежуточных растворов

На колбах и банках с растворами должны быть наклеены этикетки с указанием массовой концентрации элементов, погрешности ее установления и даты приготовления раствора.

Растворы хранят при комнатной температуре в герметично закрытых емкостях из стекла и/или пластика.

Растворы, содержащие кремний и магний, хранят в герметично закрытых емкостях из пластика.

Основные растворы хранят не более 1 года.

Промежуточные растворы хранят не более 1 месяца при массовой концентрации элементов 100 мкг/см³ и не более 5 дней при массовой концентрации элементов 10 мкг/см³.

Допускается устанавливать сроки годности растворов в соответствии с ГОСТ 4212.

6.4.2.2 Подготовка проб к анализу

6.4.2.2.1 Подготовка проб к анализу для определения примесей без отделения золота

От пробы золота отбирают две навески золота массой по 0,5 г или (при содержании примесей не более 0,002 %) по 1,0 г, каждую из которых помещают в стеклоуглеродный тигель вместимостью 50 $см^3$ (или в тефлоновый стакан вместимостью 50 — 100 $см^3$), прибавляют по 20 $см^3$ соляной кислоты (1:1), накрывают другим стеклоуглеродным тиглем (чашкой или стеклоуглеродной крышкой) и кипятят в течение 5 — 10 мин. Раствор сливают и промывают навеску водой 6 — 7 раз декантацией.

Цилиндром добавляют в тигли с навесками по 10 $см^3$ свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1) и растворяют при слабом нагревании в течение 30 мин. После полного растворения навески добавляют 1 $см^3$ основного раствора скандия и цилиндром 39 $см^3$ воды. Раствор перемешивают.

Полученные растворы используют для определения примесей, включая кремний и серебро.

Если не требуется определение кремния и магния, допускается проводить операции в стеклянных стаканах.

6.4.2.2.2 Подготовка проб к анализу для определения примесей после отделения золота

От пробы золота отбирают две навески массой по 0,5 или 1,0 г и очищают, как указано в 6.1.2.2. К навеске массой 0,5 (1,0) г прибавляют 15 — 20 $см^3$ свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1), стакан закрывают крышкой и растворяют навеску при нагревании в течение 30 мин. Открывают крышку и упаривают раствор до объема 2 — 3 $см^3$. Стакан снимают с плиты, охлаждают, прибавляют 10 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:24), переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доводят до метки тем же раствором кислоты и перемешивают (соотношение соляной кислоты и воды в полученном растворе соответствует 1:7).

Полученный раствор помещают в сухую делительную воронку, приливают 10 — 30 $см^3$ дибутилкарбитола и встряхивают в течение одной минуты. После расслаивания водную фазу сливают в другую делительную воронку, приливают 5 — 10 $см^3$ дибутилкарбитола и повторяют операцию. После расслаивания водную фазу сливают в сухой стакан вместимостью 50 $см^3$. Полученный раствор используют для определения примесей, за исключением кремния и серебра.

Одновременно через все стадии подготовки к анализу проводят два контрольных опыта на чистоту реактивов.

6.4.2.3 Приготовление градуировочных образцов (ГО)

6.4.2.3.1 Градуировочные образцы для анализа без отделения золота

Градуировочные образцы (без золота) — раствор, содержащий по 5,0 мкг/$см^3$ алюминия, висмута, железа, кадмия, кобальта, кремния, магния, марганца, меди, мышьяка, олова, свинца, сурьмы, никеля, теллура, титана, хрома и цинка (РС5): пипеткой отбирают по 5,0 $см^3$ растворов А, $А_1$, $А_2$ и 2 $см^3$ основного раствора скандия, помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Градуировочные образцы (с введением золота) — раствор, содержащий по 5,0 мкг/$см^3$ палладия, платины, родия и серебра (РЗС5): навески золота высокой чистоты массой по 0,5 или 1,0 г помещают в стеклоуглеродные стаканы вместимостью 50 $см^3$, поверхность золота очищают по 6.1.2.2 и растворяют золото по 6.4.2.2.2. Полученные растворы переносят в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$, добавляют 5 $см^3$ раствора $А_3$ и 1 $см^3$ основного раствора скандия, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Градуировочные образцы — растворы золота (ЗЛА005 и ЗЛА010), не содержащие определяемых элементов: навески золота высокой чистоты массой по 0,5 или 1,0 г помещают в стеклоуглеродные стаканы вместимостью 50 $см^3$, поверхность золота очищают по 6.1.2.2. К навеске массой по 0,5 (1,0) г добавляют 7 (10) $см^3$ свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1), стакан закрывают крышкой и растворяют металл в течение 30 мин при слабом (50 °С — 70 °С) нагревании. Полученные растворы переносят в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$, добавляют 1 $см^3$ основного раствора скандия, доводят до метки водой и перемешивают. Растворы золота ЗЛА005 и ЗЛА010 используют в качестве нулевых растворов.

Градуировочные образцы хранят не более 30 дней.

Для построения градуировочных характеристик при проведении анализа без отделения золота используют градуировочные образцы, указанные в таблице 10. В качестве нулевого раствора используют раствор соляной кислоты, разбавленной (1:5).

Таблица 10 — Градуировочные образцы для анализа без отделения золота

Определяемый элемент	Нижний ГО	Верхний ГО	Определяемый элемент	Нижний ГО	Верхний ГО
Алюминий	ЗЛА005/ЗЛА010	РС5	Олово	ЗЛА005/ЗЛА010	РС5
Висмут	ЗЛА005/ЗЛА010	РС5	Палладий	ЗЛА005/ЗЛА010	РЗС5
Железо	Нулевой раствор	РС5	Платина	ЗЛА005/ЗЛА010	РЗС5
Кадмий	ЗЛА005/ЗЛА010	РС5	Родий	ЗЛА005/ЗЛА010	РЗС5
Кобальт	ЗЛА005/ЗЛА010	РС5	Свинец	ЗЛА005/ЗЛА010	РС5
Кремний	Нулевой раствор	РС5	Серебро	Нулевой раствор	РЗС5
Магний	ЗЛА005/ЗЛА010	РС5	Сурьма	ЗЛА005/ЗЛА010	РС5
Марганец	Нулевой раствор	РС5	Теллур	ЗЛА005/ЗЛА010	РС5

6.4.2.3.2 Градуировочные образцы для анализа с отделением золота

Растворы с массовой концентрацией определяемых элементов, за исключением серебра и кремния, 0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 мкг/см^3: пипетками отбирают аликвотные части растворов А, $А_1$ или Б, $Б_1$ (таблица 11), помещают в тефлоновые стаканы вместимостью 50 — 100 см^3, прибавляют по 5 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1) и упаривают при слабом нагревании до объема 2 см^3. Стаканы снимают с плиты, прибавляют по 10 см^3 раствора соляной кислоты (1:24), помещают в мерные колбы вместимостью 25 см^3, доводят до метки тем же раствором кислоты и перемешивают. Растворы помещают в сухую делительную воронку, приливают по 15 см^3 дибутилкарбитола и встряхивают в течение одной минуты. После расслаивания водную фазу сливают в другую делительную воронку, приливают 5 — 10 см^3 дибутилкарбитола и повторяют операцию. После расслаивания водную фазу сливают в тефлоновые стаканы и закрывают крышками.

Градуировочные образцы готовят в день использования и хранят не более двух дней.

Для построения градуировочных характеристик при проведении анализа с отделением золота используют градуировочные образцы, указанные в таблице 11.

Таблица 11 — Градуировочные образцы для анализа с отделением золота

Обозначение градуировочного образца	Обозначение вводимых растворов	Объем каждого вводимого раствора, см^3	Значение массовой концентрации элементов, мкг/см^3
РС-1	Б, $Б_1$	0,5	0,2
РС-2	Б, $Б_1$	1,25	0,5
РС-3	Б, $Б_1$	2,5	1,0
РС-4	Б, $Б_1$	5,0	2,0
РС-5	А, $А_1$	1,25	5,0
РС-6	А, $А_1$	2,5	10,0

6.4.2.4 Спектрометр готовят к работе согласно эксплуатационным документам к прибору.

6.4.3 Проведение анализа

Вводят в программу спектрометра длины волн аналитических линий и коррекции фона. Измерения начинают не менее чем через 30 мин после поджига плазмы для стабилизации условий измерения. Время предынтегрирования — 30 с, время интегрирования — не менее 5 с.

Последовательно вводят в плазму градуировочные образцы и измеряют интенсивности аналитических линий определяемых элементов за вычетом фона (интенсивности излучения спектра рядом с аналитической линией определяемого элемента). Для каждого раствора выполняют три измерения и вычисляют среднее значение. Градуировочные характеристики получают в координатах: среднее зна-

чение интенсивности аналитических линий определяемых элементов за вычетом фона — массовая концентрация элемента в образце для градуировки.

Затем в плазму вводят растворы контрольного опыта и анализируемых проб и измеряют интенсивности аналитических линий определяемых элементов (за вычетом фона). Для каждого раствора выполняют три измерения. С помощью градуировочной характеристики находят результаты параллельных определений и вычисляют среднее значение — результат анализа — массовую концентрацию элемента в растворе анализируемой пробы и в растворе контрольного опыта.

При проведении анализа без отделения золота используют линии скандия как линии сравнения.

Длины волн аналитических линий, рекомендуемые для выполнения анализа, приведены в таблице 12.

Таблица 12 — Длины волн аналитических линий

В нанометрах

Определяемый элемент	Длина волны	Определяемый элемент	Длина волны
Алюминий	396,152	Палладий	340,458
Висмут	223,061	Платина	214,423
Железо	259,940	Родий	343,489
Кадмий	226,502	Свинец	220,353
Кобальт	228,616	Серебро	328,068
Кремний	251,612	Сурьма	217,581
Магний	279,553	Теллур	214,275
Марганец	257,610	Титан	337,280
Медь	324,754	Хром	337,280
Мышьяк	189,042	Цинк	205,584
Никель	221,647	Скандий*	213,856
Олово	189,989	Скандий**	255,237

* Используют как линию сравнения при проведении анализа без отделения золота для As, Bi, Cd, Co, Cr, Fe, Mn, Ni, Pb, Pt, Sb, Si, Sn, Te, Zn.

** Используют как линию сравнения при проведении анализа без отделения золота для Mg, Cu, Ag, Pd, Rh, Al, Tl.

Допускается использование других линий и других элементов сравнения при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 4.

6.4.4 Обработка результатов анализа

Массовую долю определяемого элемента X, % вычисляют по формуле

$$X = \frac{CV}{M} 10^{-4}, \quad (9)$$

где C — массовая концентрация определяемого элемента в анализируемом растворе, мкг/см^3;

$$C = C_{гр} - C_{к.о},$$

где $C_{гр}$ — значение массовой концентрации определяемого элемента в анализируемом растворе, полученное по градуировочной характеристике, мкг/см^3;

$C_{к.о}$ — среднее значение массовой концентрации определяемого элемента в растворе контрольного опыта, мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора пробы, см^3;

M — масса навески пробы, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух (четырех) результатов параллельных определений при условии выполнения требований раздела 4.

6.5 Метод атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой и искровым отбором пробы (искровой абляцией)

Метод заключается в распылении анализируемого материала при воздействии высоковольтного искрового разряда на поверхностный слой образца в аргоновой среде и измерении интенсивности аналитических спектральных линий элементов при возбуждении атомов полученного аэрозоля в индуктивно связанной плазме.

Связь интенсивности линии с содержанием элемента в пробе устанавливают с помощью градуировочной характеристики.

Метод позволяет определять содержания примесей в диапазонах, приведенных в таблице 2, с показателями точности метода анализа, приведенными в таблице 5.

6.5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Спектрометр атомно-эмиссионный с индуктивно связанной плазмой и камерой искрового отбора проб (искровой абляции), обеспечивающий возможность проведения коррекции фона и нормирования аналитических сигналов.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага наждачная № 4.

Бумага фильтровальная или ткань типа бязи.

Стандартные образцы состава аффинированного золота в пластинах.

Допускается применение других оборудования, материалов и реактивов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 5.

6.5.2 Подготовка к анализу

6.5.2.1 Пробы поступают на анализ в виде пластин или слитков произвольной формы и массы, имеющих плоскую поверхность площадью не менее 15 × 15 мм и толщиной не менее 0,5 мм. Допустимые размеры образцов определяются вместимостью камеры искрового отбора пробы (абляции).

6.5.2.2 Плоскую поверхность стандартных и анализируемых образцов очищают наждачной бумагой, затем промывают раствором соляной кислоты (1:1), 3 — 5 раз водой и протирают насухо фильтровальной бумагой или тканью. Анализируемая поверхность должна представлять собой плоскость без видимых раковин и шлаковых включений.

6.5.2.3 Подготовка к работе и включение спектрометра — по эксплуатационным документам к прибору.

Длины волн аналитических линий определяемых элементов устанавливают в соответствии с таблицей 13. Допускается использование других длин волн при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 5.

Таблица 13 — Длины волн аналитических линий

В нанометрах

Определяемый элемент	Длина волны	Определяемый элемент	Длина волны
Висмут	223,061	Палладий	340,458
Железо	259,940	Платина	203,646
Кремний	251,612	Родий	343,489
Магний	279,553	Свинец	220,353
Марганец	259,373	Серебро	328,068
Медь	324,754	Сурьма	206,838
Мышьяк	189,042	Титан	334,994
Никель	231,604	Хром	276,654
Олово	189,989	Цинк	205,584
Золото (внутренний стандарт)	201,00		

Измерения начинают не менее чем через 30 мин после поджига плазмы для стабилизации условий измерения.

6.5.3 Проведение анализа

6.5.3.1 Градуировка спектрометра

В держатель камеры искрового отбора проб последовательно помещают стандартные образцы аффинированного золота и подвергают воздействию искрового разряда.

Проводят измерения методом внутреннего стандарта с коррекцией фона. В качестве опорного сигнала используют линию внутреннего стандарта Au *I* — 201,00 нм. Коррекцию фона проводят путем вычитания сигнала фона (интенсивности излучения спектра рядом с аналитической линией определяемого элемента) из суммарного аналитического сигнала на длине волны определяемого элемента.

Измерения каждого образца проводят в двух различных точках поверхности образца с предварительным обыскриванием в каждой точке.

Время обыскривания — не менее 30 с. В каждой точке проводят 3 — 4 параллельных измерения (время интегрирования для каждого измерения — не менее 10 с) и вычисляют среднее значение.

Градуировочную зависимость получают в координатах: X — I_x/I_{Au}, где X — массовая доля элемента, %; I_x — интенсивность сигнала на линии определяемого элемента за вычетом фона; I_{Au} — интенсивность сигнала на линии Au*I* 201,00 нм за вычетом фона; I_x/I_{Au} — относительная интенсивность аналитического сигнала определяемого элемента.

6.5.3.2 Выполнение анализа

В держатель искровой камеры последовательно помещают пробы аффинированного золота и подвергают воздействию искрового разряда.

Проводят измерения по 6.5.3.1. С помощью градуировочной характеристики находят массовую долю определяемого элемента в образце. Получают два результата параллельных определений в двух различных точках поверхности образца. Результаты определения содержания элементов получают автоматически.

6.5.4 Обработка результатов

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух (четырех) результатов параллельных определений при условии выполнения требований раздела 4.

7 Метод атомно-абсорбционного анализа

Метод основан на испарении и атомизации раствора пробы в пламени газовой горелки или в графитовом атомизаторе (кювете), измерении атомного поглощения аналитических (резонансных) спектральных линий определяемых элементов и последующем определении содержания элементов-примесей по градуировочным характеристикам. Метод позволяет определять содержание примесей в диапазонах, приведенных в таблице 2, с показателями точности, приведенными в таблице 6.

7.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Спектрометр для атомно-абсорбционного анализа с пламенным и графитовым атомизаторами.

Лампы спектральные с полым катодом для определяемых элементов или безэлектродные газоразрядные лампы для определения висмута, сурьмы, олова, мышьяка и теллура.

Пропан-бутан в баллонах технический по ГОСТ 20448.

Ацетилен растворенный и газообразный по ГОСТ 5457.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой погрешности однократного взвешивания не более ± 0,0002 г.

Плита электрическая с закрытой спиралью.

Печь муфельная с температурой нагрева до 1000 °С.

Шкаф сушильный с температурой нагрева до 150 °С.

Пипетки 1-1-1-1; 1-1-1-2; 1-1-1-5; 1-1-1-10 по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 1-25-2; 1-50-2; 1-100-2 и 2-25-2; 2-50-2; 2-100-2; 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Мензурки вместимостью 50, 100, 250 и 1000 см^3 по ГОСТ 1770.

Стаканы стеклянные вместимостью 50, 100 и 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Воронки стеклянные В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Воронки стеклянные делительные вместимостью 100 и 500 см^3 по ГОСТ 25336.

Стаканы тефлоновые с крышками вместимостью 50, 100 см^3.

Банки полиэтиленовые вместимостью 100 см³ .

Стекла часовые.

Ступка агатовая.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» и «белая лента» по [4].

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Кислота азотная ос. ч. по ГОСТ 11125 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная ос. ч. по ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1, 1:3, 1:5, 1:7, 1:24.

Кислота серная ос. ч. по ГОСТ 14262 и разбавленная 1:9.

Бис(2-бутоксиэтиловый) эфир (дибутилкарбитол) по [7].

Дибутилкарбитол, насыщенный хлористым водородом: 200 см³ дибутилкарбитола помещают в делительную воронку вместимостью 500 см³, приливают 100 см³ раствора соляной кислоты (1:7) и встряхивают в течение 3 мин. После расслаивания водную фазу сливают, в делительную воронку вновь приливают 100 см³ раствора соляной кислоты (1:7) и повторяют операцию насыщения дибутилкарбитола.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³ .

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода бидистиллированная по [8].

Тигли корундовые по [9].

Кадмий сернокислый по ГОСТ 4456.

Буферный раствор сернокислого кадмия с массовой концентрацией кадмия 5 мг/см³: навеску сернокислого кадмия массой 11,4 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, прибавляют 500 см³ воды, перемешивают до растворения соли, доводят до метки водой и снова перемешивают.

Лантан хлористый по [10].

Буферный раствор с массовой концентрацией хлористого лантана 10 мг/см³: навеску хлористого лантана массой 10,0 г помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, прибавляют 500 см³ воды, перемешивают до растворения соли, доводят до метки водой и снова перемешивают.

Ниобия пятиокись по ГОСТ 23620.

Водная суспензия пятиокиси ниобия с массовым соотношением 1:5: к навеске пятиокиси ниобия массой 4,0 г прибавляют 20 см³ воды и перемешивают до состояния суспензии.

Никель азотнокислый по ГОСТ 4055.

Раствор азотнокислого никеля (модификатор матрицы) с массовой концентрацией никеля 200 мкг/см³: навеску азотнокислого никеля массой 0,099 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 50 см³ воды, перемешивают до растворения соли, доводят до метки водой и снова перемешивают.

Натрий вольфрамовокислый по ГОСТ 18289.

Раствор вольфрамовокислого натрия с массовой концентрацией вольфрама 5 мг/см³: навеску вольфрамовокислого натрия массой 0,8 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 50 см³ воды, перемешивают до растворения соли, доводят до метки водой и снова перемешивают.

Циркония двуокись по ГОСТ 21907.

Водная суспензия оксида циркония с массовым соотношением 1:5: к навеске оксида циркония массой 4,0 г прибавляют 20 см³ воды и перемешивают до состояния суспензии.

Бария перекись ос. ч. по [5].

Калия гидроксид по ГОСТ 24363 и раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³.

Золото по ГОСТ 6835 или ГОСТ 28058.

Серебро по ГОСТ 6836 или ГОСТ 28595.

Платина по ГОСТ Р 52245.

Палладий по ГОСТ Р 52244.

Родий в порошке по ГОСТ 12342.

Медь по ГОСТ 859.

Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610.

Свинец высокой чистоты по ГОСТ 22861или ГОСТ 3778.

Цинк по ГОСТ 3640.

Никель по ГОСТ 849.

Олово по ГОСТ 860.

Сурьма по ГОСТ 1089.

Кремний монокристаллический в слитках по ГОСТ 19658.

Алюминий по ГОСТ 11069.
Магний по ГОСТ 804.
Висмут по ГОСТ 10928.
Марганец металлический по ГОСТ 6008.
Хром по ГОСТ 5905.
Мышьяк металлический ос. ч. по [6].
Теллур по ГОСТ 17614.
Кадмий по ГОСТ 1467.
Кобальт по ГОСТ 123.
Титан губчатый по ГОСТ 17746.
Стандартные образцы состава аффинированного золота.
Чистота используемых металлов и реактивов — не менее 99,9 %, если не указано иначе.

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

7.2 Подготовка к анализу

7.2.1 Приготовление растворов

7.2.1.1 Приготовление основных растворов

Раствор с массовой концентрацией родия 2 мг/см^3: навеску родия массой 200,0 мг тщательно перемешивают с 5-кратным количеством перекиси бария, перетирают в агатовой ступке, переносят в корундовый тигель и спекают в течение 2 — 3 ч при температуре 800 °С — 900 °С (тигель ставят в холодный муфель). Спек охлаждают до комнатной температуры, переносят в стакан вместимостью 250 см^3, смачивают водой и растворяют в растворе соляной кислоты (1:1) до полного растворения. Если после растворения спека в растворе соляной кислоты остается осадок, спекание и растворение повторяют. Полученный раствор разбавляют водой до объема 50 см^3 и осаждают сульфат бария добавлением раствора серной кислоты (1:9) порциями при постоянном перемешивании. Раствор нагревают до температуры 60 °С — 70 °С. Через 2 — 3 ч проверяют полноту осаждения сульфата бария и отфильтровывают через фильтр «синяя лента» или двойной фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Осадок на фильтре промывают 4 — 5 раз горячим раствором соляной кислоты (1:5), а затем 5 — 6 раз горячей водой. Раствор доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Раствор с массовой концентрацией серебра 1 мг/см^3: навеску серебра массой 100,0 мг растворяют в 5 — 10 см^3 раствора азотной кислоты (1:1) при нагревании, затем прибавляют 50 см^3 соляной кислоты и кипятят до полного растворения осадка хлорида серебра. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , доводят до метки раствором соляной кислоты (1:1) и перемешивают.

Растворы с массовой концентрацией платины, палладия, сурьмы, мышьяка, теллура, кадмия и олова 2 мг/см^3 каждый: навеску каждого из перечисленных металлов массой 200,0 мг растворяют в 30 — 50 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1) при нагревании. Раствор упаривают до объема 2 — 3 см^3 , прибавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

Растворы с массовой концентрацией железа, меди, кобальта, марганца, висмута и никеля 2 мг/см^3 каждый: навеску каждого из перечисленных металлов массой 200,0 мг растворяют в 10 см^3 азотной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор упаривают до объема 2 — 3 см^3, прибавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , доводят до метки этим же раствором кислоты и перемешивают.

Раствор с массовой концентрацией свинца 2 мг/см^3: навеску свинца массой 200,0 мг растворяют в 10 см^3 раствора азотной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Растворы с массовой концентрацией алюминия, хрома и цинка 2 мг/см^3 каждый: навеску каждого из перечисленных металлов массой 200,0 мг растворяют в 10 см^3 раствора соляной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Раствор с массовой концентрацией титана 2 мг/см^3: навеску титана массой 200,0 мг растворяют в 20 см^3 раствора соляной кислоты (1:1) при сильном нагревании в стакане, закрытом часовым стеклом. Раствор соляной кислоты прибавляют порциями по 5 см^3 до полного растворения титана. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Раствор с массовой концентрацией магния 2 мг/см³: навеску магния массой 200,0 мг растворяют в 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Раствор с массовой концентрацией кремния 1 мг/см³: навеску кремния массой 100,0 мг растворяют в 20 см³ раствора гидроксида калия концентрацией 200 г/дм³ в тефлоновом стакане, закрытом крышкой, при нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ , доводят до метки водой и сразу переносят в полиэтиленовую банку.

Допускается использование других методик приготовления основных растворов, а также использование готовых стандартных и аттестованных растворов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 6.

7.2.1.2 Приготовление промежуточных растворов

Растворы, содержащие висмут, мышьяк, олово, палладий, платину, родий, свинец, сурьму, теллур, хром

Раствор А: пипеткой отбирают по 5 см³ основных растворов висмута, мышьяка, олова, палладия, платины, родия, свинца, сурьмы, теллура, хрома, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Значение массовой концентрации каждого из перечисленных элементов в растворе составляет 100,0 мкг/см³.

Раствор Б: пипеткой отбирают 10 см³ раствора А и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ , доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Значение массовой концентрации каждого из перечисленных элементов в растворе составляет 10,0 мкг/см³.

Растворы, содержащие алюминий, железо, кадмий, кобальт, магний, марганец, медь, никель, титан и цинк

Раствор $А_1$: пипеткой отбирают по 5 см³ основных растворов алюминия, железа, кадмия, кобальта, магния, марганца, меди, никеля, титана и цинка, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Значение массовой концентрации каждого из перечисленных элементов в растворе составляет 100,0 мкг/см³.

Раствор $Б_1$: пипеткой отбирают 10 см³ раствора $А_1$ и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Значение массовой концентрации каждого из перечисленных элементов в растворе составляет 10,0 мкг/см³.

Растворы, содержащие кремний

Раствор $А_2$: пипеткой отбирают 10 см³ основного раствора кремния и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и сразу переносят в полиэтиленовую банку.

Значение массовой концентрации кремния в растворе составляет 100,0 мкг/см³.

Раствор $Б_2$: пипеткой отбирают 10 см³ раствора $А_2$ и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой и сразу переносят в полиэтиленовую банку.

Значение массовой концентрации кремния в растворе составляет 10,0 мкг/см³.

Растворы, содержащие серебро

Раствор $А_3$: пипеткой отбирают 10 см³ основного раствора серебра и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:3) и перемешивают.

Значение массовой концентрации серебра в растворе составляет 100,0 мкг/см³.

Раствор $Б_3$: пипеткой отбирают 10 см³ раствора $А_3$ и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

Значение массовой концентрации серебра в растворе составляет 10,0 мкг/см³.

7.2.1.3 Приготовление градуировочных образцов

7.2.1.3.1 Градуировочные образцы — растворы с массовой концентрацией определяемых элементов, исключая серебро, 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 мкг/ см³: пипетками отбирают аликвотные части растворов А, $А_1$ и $А_2$ или Б, $Б_1$ и $Б_2$ (таблица 14), помещают в тефлоновые стаканы вместимостью 50, 100 см³, прибавляют по 15 — 20 см³ смеси соляной и азотной кислот (3:1), упаривают при слабом нагревании до объема 2 см³. Стаканы снимают с плиты, прибавляют по 10 см³ раствора соляной кислоты (1:24), переносят в мерные колбы вместимостью 25 см³ каждая, доводят до метки тем же раствором кислоты, перемешивают и переливают в сухие тефлоновые стаканы.

Таблица 14 — Состав градуировочных образцов

Обозначение градуировочного образца	Обозначение и объем вводимых растворов, $см^3$	Значение массовой концентрации элементов, $мкг/см^3$
ГО-1	Б, $Б_1$ и $Б_2$ ($Б_3$) 0,5	0,200
ГО-2	1,25	0,500
ГО-3	2,5	1,00
ГО-4	5,0	2,00
ГО-5	А, $А_1$ и $А_2$ ($А_3$) 1,25	5,00

Растворы переносят в сухие делительные воронки, прибавляют по 15 $см^3$ дибутилкарбитола, насыщенного хлористым водородом, и встряхивают воронки в течение 1 мин. После расслаивания водные фазы сливают в тефлоновые стаканы и закрывают крышками.

7.2.1.3.2 Градуировочные образцы — растворы с массовой концентрацией серебра 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 $мкг/см^3$: пипетками отбирают аликвотные части раствора $А_3$ или $Б_3$ (таблица 14), помещают в мерные колбы вместимостью 25 $см^3$ каждая, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5) и перемешивают.

7.2.1.3.3 Градуировочные образцы — растворы с массовой концентрацией определяемых элементов 0,02; 0,05; 0,10 $мкг/см^3$: пипеткой отбирают по 2,5 $см^3$ растворов с массовой концентрацией элементов 0,2; 0,5; 1,0 $мкг/см^3$, приготовленных по 7.2.1.3.1, помещают в мерные колбы вместимостью 25 $см^3$ каждая, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:7), перемешивают и переливают в сухие тефлоновые стаканы.

7.2.1.4 Требования к маркировке и условиям хранения растворов

На колбах и банках с растворами должны быть наклеены этикетки с указанием массовой концентрации элементов, погрешности ее установления, даты приготовления и срока годности растворов.

Растворы хранят при комнатной температуре в герметично закрытых емкостях из стекла и/или пластика.

Растворы, содержащие кремний и магний, хранят в герметично закрытых емкостях из пластика.

Основные растворы хранят не более 1 года, промежуточные растворы хранят не более 2 месяцев при массовой концентрации элементов 100 $мкг/см^3$ и не более 5 дней при массовой концентрации элементов 10 $мкг/см^3$. Градуировочные образцы готовят в день использования и хранят не более 2 дней.

Допускается устанавливать сроки годности растворов в соответствии с ГОСТ 4212.

7.2.2 Отбор и подготовка проб к анализу

7.2.2.1 Отбор проб для анализа проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 28058.

7.2.2.2 Подготовка проб для определения примесей (кроме серебра)

Отбирают две навески пробы массой по 0,5 — 2,5 г (таблица 15), каждую из которых помещают в тефлоновый стакан вместимостью 50, 100 $см^3$, прибавляют по 10 — 20 $см^3$ соляной кислоты (1:1) и кипятят в течение 5 — 10 мин. Раствор сливают и промывают навеску водой 6 — 7 раз декантацией. К навеске прибавляют 15 — 20 $см^3$ свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1), закрывают крышкой и растворяют при слабом нагревании, прибавляя смесь кислот порциями по 5 $см^3$ до полного растворения пробы. Открывают крышку и упаривают раствор до объема 2 $см^3$.

Таблица 15 — Зависимость массы навески от содержания примесей

Массовая доля примеси, %	Масса навески, г
От 0,0001 до 0,0005 включ.	2,0 — 2,5
Св. 0,0005 до 0,002 включ.	1,0 — 2,0
Св. 0,002 до 0, 01 включ.	0,5 — 1,0
Св. 0,01 до 0,02 включ.	0,5

Стакан снимают с плиты, прибавляют 10 см³ раствора соляной кислоты (1:24), переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доводят до метки тем же раствором кислоты, перемешивают (соотношение соляной кислоты и воды в приготовленном растворе соответствует 1:7) и переливают в сухой тефлоновый стакан.

Раствор переносят в сухую делительную воронку, прибавляют 10 — 30 см³ (в зависимости от массы навески) дибутилкарбитола, насыщенного хлористым водородом, и экстрагируют золото в течение 1 мин. После расслаивания водную фазу сливают в другую делительную воронку, прибавляют 5 — 10 см³ дибутилкарбитола, насыщенного хлористым водородом, и повторяют экстракцию золота в течение 1 мин.

После расслаивания водную фазу сливают в сухой тефлоновый стакан. Если не требуется определение кремния и магния, то допускается проводить растворение в стеклянных стаканах.

Одновременно через все стадии подготовки проб проводят два контрольных опыта на чистоту реактивов.

7.2.2.3 Подготовка проб для определения серебра

Отбирают две навески пробы массой по 0,5 — 1,0 г, каждую из которых помещают в стакан вместимостью 50 или 100 см³, прибавляют по 15 — 20 см³ свежеприготовленной смеси соляной и азотной кислот (3:1) и растворяют золото при слабом нагревании, прибавляя смесь кислот порциями по 5 см³, снимают с плиты, прибавляют 10 см³ раствора соляной кислоты (1:5), переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³ , доводят до метки тем же раствором кислоты и перемешивают.

Одновременно через все стадии подготовки проб проводят два контрольных опыта на чистоту реактивов.

7.2.3 Подготовка спектрометра к работе

Атомно-абсорбционный спектрометр подготавливают к работе согласно эксплуатационным документам к прибору.

7.3 Проведение анализа

7.3.1 Анализ с атомизацией проб в пламени

Для определения висмута, железа, кадмия, кобальта, магния, марганца, меди, мышьяка, никеля, палладия, платины, родия, свинца, серебра, сурьмы, теллура и цинка используют пламя пропан-бутан-воздух или ацетилен-воздух; для определения хрома используют пламя ацетилен-воздух (восстановительное, обогащенное горючим газом).

При определении родия и платины в растворы вводят буферный раствор сернокислого кадмия: в колбу вместимостью 25 см³ помещают 5 см³ анализируемого раствора или градуировочного образца, добавляют 5 см³ буферного раствора и перемешивают.

При определении магния в растворы вводят буферный раствор хлористого лантана: в колбу вместимостью 25 см³ помещают 5 см³ анализируемого раствора или градуировочного образца, добавляют 5 см³ буферного раствора и перемешивают.

Последовательность распыления в пламя газовой горелки градуировочных образцов, растворов контрольного опыта и растворов анализируемых проб устанавливают в соответствии с программным обеспечением спектрометра.

Длины волн аналитических линий приведены в таблице 16.

Допускается использование других линий при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 6.

Таблица 16 — Длины волн аналитических линий

Определяемый элемент	Длина волны, нм	Определяемый элемент	Длина волны, нм
Висмут	223,1	Медь	324,8
Железо	248,3	Мышьяк	193,7
Кадмий	228,8	Никель	232,0
Кобальт	240,7	Палладий	247,6
Магний	285,2	Платина	265,9
Марганец	279,5	Родий	343,5

Окончание таблицы 16

Определяемый элемент	Длина волны, нм	Определяемый элемент	Длина волны, нм
Свинец	283,3	Теллур	214,3
Серебро	328,1	Хром	357,9
Сурьма	217,6	Цинк	213,9

Градуировочные характеристики получают, используя градуировочные образцы, приготовленные по 7.2.1.3

По градуировочным характеристикам находят массовую концентрацию определяемого элемента в анализируемом растворе.

Если значение величины поглощения для раствора анализируемой пробы превосходит значение величины поглощения, соответствующее линейному участку градуировочной характеристики, раствор анализируемой пробы разбавляют раствором соляной кислоты (1:7).

Результаты определения содержания элементов в растворах анализируемых проб (с учетом контрольного опыта) получают автоматически.

7.3.2 Анализ с атомизацией проб в графитовом атомизаторе

Для определения олова, алюминия, кремния и титана, а также сурьмы, мышьяка, висмута, теллура, свинца и платины при содержании менее 0,005 %, палладия, родия, никеля, кобальта при содержании менее 0,0005 %, применяют атомизацию проб в графитовом атомизаторе (кювете).

Условия атомизации в графитовом атомизаторе HGA-600 приведены в таблице 17.

Таблица 17 — Условия атомизации проб золота в графитовом атомизаторе

Элемент	Длина волны, нм	Высушивание		Озоление		Атомизация		Дополнительные условия
		Температура, °С	Время, с	Температура, °С	Время, с	Температура, °С	Время, с	
Pt	265,9	130	15	1300	10	2650 Ramp-0	2	Трубка пиролитическая
As	193,7	130	15	1200	10	2500 Ramp-0	2	Трубка и платформа обработаны Nb_2O_5. В атомизатор вводится 0,01 $см^3$ раствора $Ni(NO_3)_2$
Bi	306,8	130	15	900	10	2100 Ramp-1	3	—
Te	214,3	130	15	1000	10	2100 Ramp-0	2	В атомизатор вводится 0,01 $см^3$ раствора $Ni(NO_3)_2$
Sb	217,6	130	15	1100	10	2400 Ramp-0	2	В растворы добавляют винную кислоту*
Sn	286,3	200	15	1200	10	2400 Ramp-0	2	Трубка обработана раствором Na_2WO_4. В растворы добавляют винную кислоту*
Al	309,3	130	15	1700	10	2650 Ramp-0	3	Трубка пиролитическая с пиролитической платформой
Si	251,6	130	15	1400	10	2650 Ramp-0	4	Трубка обработана раствором Na_2WO_4
Ti	364,3	130	15	1400	10	2650 Ramp-0	4	Трубка пиролитическая

Окончание таблицы 17

Элемент	Длина волны, нм	Высушивание		Озоление		Атомизация		Дополнительные условия
		Температура, °С	Время, с	Температура, °С	Время, с	Температура, °С	Время, с	
Pd	247,6	130	15	1300	10	2650 Ramp-0	2	Трубка пиролитическая
Rh	343,5	130	15	1300	10	2400 Ramp-0	2	Трубка пиролитическая
Pb	283,3	130	15	850	10	1800 Ramp-0	2	Трубка пиролитическая с пиролитической платформой, обработанной цирконием
Ni	232,0	130	15	1400	10	2500 Ramp-0	2	Трубка пиролитическая с пиролитической платформой
Co	242,5	130	15	1400	10	2500 Ramp-0	2	Трубка пиролитическая с пиролитической платформой

* В колбу вместимостью 25 $см^3$ отбирают 2,0 $см^3$ раствора пробы или градуировочного образца, добавляют 2 $см^3$ раствора винной кислоты и перемешивают

Примечание — Для других типов графитовых атомизаторов условия атомизации выбирают экспериментально.

Для разбавления растворов проб при определении платины, мышьяка, висмута, теллура, сурьмы и олова используют раствор соляной кислоты (1:5). При определении кремния и алюминия растворы проб разбавляют водой.

Обработку графитовых трубок и платформ оксидами ниобия и циркония проводят следующим образом: графитовые трубки и платформы погружают в водную суспензию оксида ниобия или циркония, выдерживают в течение 2 — 3 ч, вынимают и высушивают в сушильном шкафу при температуре 100 °С — 110 °С. Затем обжигают трубки с платформами в графитовом атомизаторе: высушивают 60 с при температуре 100 °С, обжигают 30 с при температуре 1000 °С и 10 с при температуре 2650 °С в потоке инертного газа. Цикл температурной обработки повторяют не менее трех раз.

7.4 Обработка результатов анализа

Массовую долю определяемого элемента X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{CVK}{M} 10^{-4}, \quad (10)$$

где C — массовая концентрация определяемого элемента в анализируемом растворе, $мкг/см^3$;

$$C = C_{гр} - C_{к.о},$$

где $C_{гр}$ — значение массовой концентрации определяемого элемента в анализируемом растворе, полученное по градуировочной характеристике, $мкг/см^3$;

$C_{к.о}$ — среднее значение массовой концентрации определяемого элемента в растворе контрольного опыта, $мкг/см^3$;

V — объем анализируемого раствора, $см^3$;

K — коэффициент разбавления анализируемого раствора;

M — масса навески пробы, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух (четырех) результатов параллельных определений при условии выполнения требований раздела 4.

Приложение А
(обязательное)

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

Приводимая ниже таблица А.1 служит для перевода измеренных значений $\Delta S/\gamma$ в значения величины $\lg \frac{I_л}{I_ф}$.

Таблица А.1 содержит результаты расчета по формуле

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

Обозначим суммарную интенсивность линии вместе с фоном $I_{л+ф}$, интенсивность фона под максимумом линии в отсутствие линии — $I_ф$. Так как $I_{л+ф} = I_л + I_ф$, то отношение интенсивности линии к интенсивности фона определяют по формуле

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

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

$$\lg \frac{I_{л+ф}}{I_ф} = \frac{\Delta S}{\gamma}, \quad (А.3)$$

где $\Delta S = S_{л+ф} - S_ф$;

γ — фактор контрастности.

Используя формулу (А.2), $\frac{I_л}{I_ф} = \frac{I_{л+ф}}{I_ф} - 1$, получаем

$$\lg \frac{I_л}{I_ф} = \lg \left(\frac{I_{л+ф}}{I_ф} - 1 \right) = \lg (10^{\frac{\Delta S}{\gamma}} - 1). \quad (А.4)$$

Таблица А.1 охватывает наиболее важные для практики аналитической работы значения $\Delta S/\gamma$ от 0,05 до 1,99.

По построению таблица А.1 разделена на две части: одна часть охватывает значения $\Delta S/\gamma$ от 0,05 до 0,999, другая — $\Delta S/\gamma$ от 1,00 до 1,99.

Рассмотрим первую часть таблицы ($0,05 \le \Delta S/\gamma \le 0,99$).

В графе $\Delta S/\gamma$ приведены значения: 0,05; 0,06; 0,07 ....0,99. В других графах таблицы А.1 — цифры от 0 до 9, представляющие собой третий после запятой знак значения $\Delta S/\gamma$.

Имея определенное значение $\Delta S/\gamma$, например $\Delta S/\gamma = 0,537$, в графе $\Delta S/\gamma$ находят значение 0,53, соответствующее первым двум знакам после запятой, и в графе с цифрой 7 находят соответствующее значение $\lg \frac{I_л}{I_ф} = 0,388$.

Аналогично, для $\Delta S/\gamma = 0,143$ находят значение 0,14 и в графе с цифрой 3 — соответствующее значение $\lg \frac{I_л}{I_ф} = 1,591$.

Вторая часть таблицы, охватывающая значения $\Delta S/\gamma$ от 1,00 до 1,99, построена аналогичным образом, с той разницей, что в первой графе значения $\Delta S/\gamma$ даны с одним знаком после запятой, а в графах цифры 0 — 9 — второй после запятой знак значения $\Delta S/\gamma$.

Так, при $\Delta S/\gamma = 1,36$, находят значение 1,3 и в графе с цифрой 6 — соответствующее значение $\lg \frac{I_л}{I_ф} = 1,341$.

Для значений $\Delta S/\gamma$ менее чем 0,301 характеристика $\lg \frac{I_л}{I_ф}$ отрицательная, что отмечено знаком минус над характеристикой ($\overline{1}$,....).

Так как $\lg \frac{I_{п+ф}}{I_ф} = \Delta S/\gamma$, то таблица может быть применена также и для нахождения значений $\lg \frac{I_п}{I_ф}$, соответствующих значениям $\lg \frac{I_{п+ф}}{I_ф}$, при любом способе измерения.

В случае, если фактор контрастности γ не измеряется, то вместо величин $\Delta S/\gamma$ таблицу А.1 используют для значений ΔS. Так, если $\Delta S = 0{,}674$, то в графе $\Delta S/\gamma$ находят значение 0,67 и в графе с цифрой 4 — значение 0,571. Следует отметить, что найденное таким образом значение 0,571 представляет собой не $\lg \frac{I_п}{I_ф}$, а $\lg (10^{\Delta S} - 1)$. На точности анализа по методу «трех эталонов» это обстоятельство практически не отражается.

Таблица А.1 — Значения $\lg (I_п/I_ф)$, соответствующие измеренным значениям $\Delta S/\gamma$

$\Delta S/\gamma$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,05	1,086	1,096	1,104	1,113	1,122	1,130	1,139	1,147	1,155	1,163
0,06	1,171	1,178	1,186	1,193	1,201	1,208	1,215	1,222	1,229	1,236
0,07	1,243	1,249	1,256	1,263	1,269	1,275	1,282	1,288	1,294	1,300
0,08	1,306	1,312	1,318	1,323	1,329	1,335	1,340	1,346	1,351	1,357
0,09	1,362	1,368	1,373	1,378	1,383	1,388	1,393	1,398	1,403	1,408
0,10	1,413	1,418	1,423	1,428	1,432	1,437	1,442	1,446	1,451	1,455
0,11	1,460	1,464	1,469	1,473	1,477	1,482	1,486	1,490	1,494	1,499
0,12	1,503	1,507	1,511	1,515	1,519	1,523	1,527	1,531	1,535	1,539
0,13	1,543	1,547	1,550	1,554	1,558	1,562	1,566	1,569	1,573	1,577
0,14	1,580	1,584	1,587	1,591	1,595	1,598	1,602	1,605	1,609	1,612
0,15	1,615	1,619	1,622	1,626	1,629	1,632	1,636	1,639	1,642	1,646
0,16	1,649	1,652	1,655	1,658	1,662	1,665	1,668	1,671	1,674	1,677
0,17	1,680	1,684	1,687	1,690	1,693	1,696	1,699	1,702	1,705	1,708
0,18	1,711	1,714	1,716	1,719	1,722	1,725	1,728	1,731	1,734	1,737
0,19	1,739	1,742	1,745	1,748	1,751	1,753	1,756	1,759	1,762	1,764
0,20	1,767	1,770	1,772	1,775	1,778	1,780	1,783	1,786	1,788	1,791
0,21	1,794	1,796	1,799	1,801	1,804	1,807	1,809	1,812	1,814	1,817
0,22	1,819	1,822	1,824	1,827	1,829	1,832	1,834	1,837	1,839	1,842
0,23	1,844	1,846	1,849	1,851	1,854	1,856	1,858	1,861	1,863	1,866
0,24	1,868	1,870	1,873	1,875	1,877	1,880	1,882	1,884	1,887	1,889
0,25	1,891	1,893	1,896	1,898	1,900	1,902	1,905	1,907	1,909	1,911
0,26	1,914	1,916	1,918	1,920	1,922	1,925	1,927	1,929	1,931	1,933
0,27	1,936	1,938	1,940	1,942	1,944	1,946	1,948	1,951	1,953	1,955
0,28	1,957	1,959	1,961	1,963	1,965	1,967	1,969	1,971	1,974	1,976
0,29	1,978	1,980	1,982	1,984	1,986	1,988	1,990	1,992	1,994	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	0,223	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

Окончание таблицы А.1

$\Delta S / \gamma$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
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
0,68	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
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 48-20-51—84	Графит. Технические условия
[2] ТУ 3497-001-51046676—2001	Графитовые электроды для эмиссионного спектрального анализа
[3] ТУ 6-43-00205133-54—95	Фотопластинки фотографические спектрографические. Технические условия
[4] ТУ 6-09-1678—86	Фильтры обеззоленные «синяя лента», «белая лента». Технические условия
[5] ТУ 6-09-03-462—78	Бария перекись особой чистоты
[6] ОСТ 6-12-112—73	Мышьяк металлический особой чистоты. Технические условия
[7] ТУ 6-09-11-801—86	Бис(2-бутоксиэтиловый) эфир (дибутилкарбитол). Технические условия
[8] ТУ 6-09-2502—77	Вода бидистиллированная. Технические условия
[9] ТУ 1595-008-00188162—96	Изделия высокоогнеупорные оксидные
[10] ТУ 6-09-4773—84	Соли хлористые иттрия и редкоземельных элементов квалификации «ч.», «х.ч.» (лантана, празеодима, неодима, самария, европия, гадолиния, тербия, диспрозия, гольмия, эрбия, тулия, иттербия, лютеция). Технические условия

УДК 669.21.001.4:006.354 ОКС 39.060 77.120.99 В59

Ключевые слова: золото, примеси, методы анализа, атомно-эмиссионный метод анализа, дуговое возбуждение спектра, искровое возбуждение спектра, индуктивно связанная плазма, атомно-абсорбционный метод анализа, контроль точности результатов анализа, правильность, прецизионность

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 19.08.2009. Подписано в печать 21.10.2009. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 4,65. Уч.-изд. л. 4,70. Тираж 123 экз. Зак. 735.

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