МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОЛОВО

Методы атомно-эмиссионного спектрального анализа

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Российской Федерацией, Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 500 «Олово»

2 ВНЕСЕН Госстандартом России

ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 17 от 1 апреля 2004 г., по переписке)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	Азстандарт
Армения	Армгосстандарт
Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	Узстандарт
Украина	Госпотребстандарт Украины

3 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 октября 2004 г. № 40-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 15483.10—2004 введен в действие непосредственно в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2005 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 15483.10—78

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Октябрь 2005 г.

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

© ИПК Издательство стандартов, 2004
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2005
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2008
Переиздание (по состоянию на июнь 2008 г.)

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 2
4 Требования безопасности 2
5 Метод атомно-эмиссионного спектрального анализа с возбуждением спектра искровым разрядом 2
5.1 Метод анализа 2
5.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы 3
5.3 Подготовка к анализу 4
5.4 Проведение анализа 4
5.5 Обработка результатов 5
5.6 Контроль качества результатов анализа 6
6 Метод атомно-эмиссионного спектрального анализа с возбуждением спектра индуктивно связанной плазмой 7
6.1 Метод анализа 7
6.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы 8
6.3 Подготовка к анализу 8
6.4 Проведение анализа 9
6.5 Обработка результатов 10
6.6 Контроль качества результатов анализа 10
Приложение А Условия проведения анализа и технические характеристики приборов 11
Приложение Б Библиография 11
Приложение В Нормативный документ, действующий на территории Российской Федерации . . . 11

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОЛОВО

Методы атомно-эмиссионного спектрального анализа

Tin.
Methods of atomic-emission spectral analysis

Дата введения 2005—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы атомно-эмиссионного спектрального анализа с возбуждением спектра искровым разрядом и индуктивно связанной плазмой для определения содержания элементов в олове.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 195—77 Натрий сернистокислый. Технические условия

ГОСТ 244—76 Натрия тиосульфат кристаллический. Технические условия

ГОСТ 849—97 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 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3778—98 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4160—74 Калий бромистый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9849—86 Порошок железный. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10297—94 Индий. Технические условия

ГОСТ 10928—90 Висмут. Технические условия

ГОСТ 11069—2001 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 15483.0—78 Олово. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 19627—74 Гидрохинон (парадиоксибензол). Технические условия
ГОСТ 19671—91 Проволока вольфрамовая для источников света. Технические условия
ГОСТ 20298—74 Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия
ГОСТ 22306—77 Металлы высокой и особой чистоты. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25664—83 Метол (4-метиламинофенолсульфат). Технические условия
ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 30331.3—95 (МЭК 364-4-41—92) / ГОСТ Р 50571.3—94 (МЭК 364-4-41—92) Электроустановки зданий. Часть 4. Требования по обеспечению безопасности. Защита от поражения электрическим током

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 15483.0, ГОСТ 22306, ГОСТ 25086.

3.2 Отбор и подготовку проб олова проводят по ГОСТ 860.

3.3 Для установления градуировочной зависимости используют не менее трех стандартных образцов или стандартных растворов с известной концентрацией элементов.

4 Требования безопасности

4.1 При проведении анализов необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 15483.0.

4.1.1 При использовании и эксплуатации электроприборов и электроустановок в процессе проведения анализа следует соблюдать требования ГОСТ 30331.3.

5 Метод атомно-эмиссионного спектрального анализа с возбуждением спектра искровым разрядом

5.1 Метод анализа

Метод основан на возбуждении спектра искровым разрядом с последующей регистрацией излучения спектральных линий фотографическим или фотоэлектрическим способом. При проведении анализа используют зависимость интенсивностей спектральных линий элементов от их содержания в пробе.

Метод обеспечивает количественное определение висмута, железа, меди, свинца, сурьмы и мышьяка в олове всех марок, кроме олова высокой чистоты, при массовой доле определяемых элементов, %:

висмут — от 0,0010 до 0,162;
железо » 0,0044 » 0,062;
медь » 0,0023 » 0,193;
свинец » 0,0073 » 0,94;
сурьма » 0,0033 » 0,32;
мышьяк » 0,0101 » 0,073

и полуколичественное определение алюминия, цинка и мышьяка при массовой доле менее 0,01 %.

Допускаемые погрешности результатов анализа приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Нормы погрешности результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$)

В процентах

Наименование элемента	Диапазон массовых долей элемента	Допускаемая погрешность ±Δ
Висмут	От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0008
	Св. 0,0020 » 0,0050 »	0,0011
	» 0,0050 » 0,0080 »	0,0012
	» 0,0080 » 0,0200 »	0,0016
	» 0,020 » 0,040 »	0,004
	» 0,040 » 0,080 »	0,007
	» 0,080 » 0,162 »	0,014
Железо	От 0,0044 до 0,0100 включ.	0,0019
	Св. 0,010 » 0,030 »	0,005
	» 0,030 » 0,062 »	0,010
Медь	От 0,0023 до 0,0050 включ.	0,0005
	Св. 0,0050 » 0,0080 »	0,0010
	» 0,0080 » 0,0200 »	0,0013
	» 0,020 » 0,060 »	0,006
	» 0,060 » 0,193 »	0,014
Свинец	От 0,0073 до 0,0200 включ.	0,0026
	Св. 0,020 » 0,050 »	0,007
	» 0,050 » 0,100 »	0,013
	» 0,100 » 0,300 »	0,040
	» 0,300 » 0,600 »	0,060
	» 0,60 » 0,94 »	0,13
Сурьма	От 0,0033 до 0,0080 включ.	0,0010
	Св. 0,0080 » 0,0200 »	0,0024
	» 0,020 » 0,060 »	0,005
	» 0,060 » 0,100 »	0,010
	» 0,100 » 0,320 »	0,024
Мышьяк	От 0,0101 до 0,0400 включ.	0,0050
	Св. 0,040 » 0,073 »	0,010

5.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Спектрограф кварцевый типов ИСП-28, ИСП-30 или аналогичные приборы.

Спектрометр типов ДФС-36 (40, 41, 51), МФС-4 (6, 8) или аналогичные приборы.

Генератор искры типов ИГ-3, ИВС-23, УГЭ-1 (4) или аналогичные приборы.

Микрофотометр МФ-2, МД-100 или других типов.

Спектропроектор ПС-18, SP-2, ДСП-2 или других типов.

Напильник или станок для заточки электродов.

Печь тигельная или муфельная любого типа с терморегулятором.

Сушильный шкаф любого типа для сушки фотопластинок.

Фотокюветы или другая посуда для обработки фотопластинок.

Вольфрам по ГОСТ 19671.

Тигли графитовые либо графитошамотные с крышками.

Изложница для отливки электродов круглого сечения диаметром 8 мм и длиной 70—80 мм или другой формы в зависимости от типа применяемого прибора.

Угли спектральные марок ОСЧ-7-3, С-2, С-3 в виде прутков диаметром 6 мм.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Государственные стандартные образцы состава олова ГСО 669-75—ГСО 672-75, стандартные образцы предприятия (СОП), разработанные по ГОСТ 8.315.

Фотопластинки спектрографические типов ПФС-01, ПФС-02 или другого типа, обеспечивающие нормальные плотности почернений аналитических линий, линий сравнения и фона по [1].

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Проявитель, состоящий из двух растворов:

Раствор 1:
- метол (параметиламинофенолсульфат) по ГОСТ 25664 — 2,3 г;
- натрий сернистокислый кристаллический по ГОСТ 195 — 26 г;
- гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627 — 11,5 г;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — до 1000 см^3.

Раствор 2:
- натрий углекислый безводный по ГОСТ 83 — 42 г;
- калий бромистый по ГОСТ 4160 — 7 г;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — до 1000 см^3.

Перед проявлением растворы 1 и 2 смешивают в объемном соотношении 1:1.

Фиксажный раствор:
- тиосульфат натрия кристаллический по ГОСТ 244 — 400 г;
- натрий сернистокислый по ГОСТ 195 — 25 г;
- кислота уксусная по ГОСТ 61 — 8 см^3;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — до 1000 см^3.

Допускается применение проявителя и фиксажа других составов, не ухудшающих качества фотографической регистрации спектра.

5.3 Подготовка к анализу

5.3.1 Пробы для анализа должны быть в виде литых стержней диаметром 8 мм, длиной 35—80 мм.

Допускается изменять форму образца пробы в зависимости от типа применяемого прибора.

5.3.2 Пробы, поступающие на анализ в виде стружки, расплавляют в предварительно разогретом графитовом тигле с крышкой при температуре 240 °С—250 °С под слоем канифоли и отливают в изложницу в виде стержней указанных выше размеров.

5.3.3 В качестве противоэлектродов для стандартных образцов (СО) используют соответствующий СО, для проб — электрод из соответствующей пробы олова. Допускается в качестве противоэлектродов использовать угольный стержень, заточенный на плоскость или усеченный конус с площадкой 1—2 мм или электрод из вольфрама по ГОСТ 19671.

5.3.4 Перед съемкой торцы стержней анализируемых и стандартных образцов затачивают на плоскость и протирают спиртом. На обработанной поверхности анализируемых проб и стандартных образцов не должно быть раковин, трещин и других дефектов.

5.4 Проведение анализа

5.4.1 Подготовку спектрографа или спектрометра к проведению анализов проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации и обслуживанию прибора.

Источником возбуждения спектра является искровой разряд между стержнями анализируемых образцов и противоэлектродов, получаемый от искрового генератора, работающего в режиме высоковольтной искры.

Режимы работы искрового генератора и параметры работы спектрографа или спектрометра выбирают оптимальными в зависимости от типа прибора.

Условия проведения анализа и технические характеристики приборов приведены в приложении А.

Рекомендуемые аналитические линии и линии сравнения приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Рекомендуемые аналитические линии и линии сравнения

В нанометрах

Наименование элемента	Длина волны аналитической линии	Длина волны линии сравнения
Висмут	306,77	Sn 322,35
Железо	259,90 302,06 358,10	Sn 322,35 Sn 322,35 Sn 322,35
Медь	327,339	Sn 322,35
Свинец	283,30	Sn 276,17
Сурьма	206,83 231,15 252,85	Sn 236,82 266,12 236,82

Окончание таблицы 2

В нанометрах

Наименование элемента	Длина волны аналитической линии	Длина волны линии сравнения
Мышьяк	234,98	Фон
Алюминий	308,21 396,10	—
Цинк	213,90 330,20 334,50	—

Допускается использование других аналитических линий при условии получения метрологических характеристик, соответствующих требованиям настоящего стандарта.

5.4.2 Проведение анализа с фотографической регистрацией спектра

В кассету спектрографа помещают фотопластинки двух типов: в длинноволновую часть спектра — типа ПФС-01, в коротковолновую часть спектра — типа ПФС-02.

Спектрограммы стандартных образцов и анализируемых проб снимают на одну и ту же фотопластинку.

Для каждой пробы и стандартного образца снимают не менее двух спектрограмм.

Экспонированную фотопластинку проявляют, фиксируют, промывают и сушат.

Полученные фотопластинки со спектрограммами устанавливают на микрофотометр и измеряют плотность почернения аналитических линий определяемых элементов и линий сравнения. В качестве линии сравнения используют линию олова.

Для полуколичественного определения алюминия, цинка и мышьяка (при массовой доле менее 0,01 %) визуально сравнивают плотность почернения аналитических линий алюминия, цинка и мышьяка в стандартных образцах предприятия (СОП) и пробах.

5.4.3 Проведение анализа с фотоэлектрической регистрацией спектра

Инструментальные параметры спектрометра устанавливают в пределах, обеспечивающих максимальную чувствительность определения массовых долей элементов.

Для каждой пробы и СО регистрируют не менее двух результатов измерений.

Для каждой определяемой примеси с выходного измерительного устройства спектрометра снимают показания зарегистрированных значений интенсивности излучений в спектре стандартных образцов для построения градуировочного графика и проб для оценки содержания определяемых элементов по этому графику.

При управлении спектрометром от ЭВМ показания зарегистрированных значений интенсивности вводят в долговременную память компьютера.

При полуколичественном определении алюминия, цинка или мышьяка сравнивают показания зарегистрированных значений интенсивности аналитических линий алюминия, цинка и мышьяка в пробе и стандартном образце предприятия (СОП) на соответствующую примесь, делая полуколичественную оценку при наличии этих элементов в пробе.

5.5 Обработка результатов

Массовые доли элементов в анализируемых пробах определяют по градуировочным графикам. Для построения градуировочных графиков применяют метод трех эталонов, твердого градуировочного графика, контрольного эталона. При обработке результатов анализа на ЭВМ градуировочные графики могут представляться в виде полиноминальных уравнений разных степеней.

При проведении анализа фотографическим методом градуировочный график строят в координатах: $\Delta S - \lg C$, где ΔS — среднеарифметическое значение разностей плотности почернений S аналитических линий определяемых элементов и элемента сравнения; C — аттестованное значение массовой доли определяемого элемента в СО.

При фотоэлектрической регистрации спектра градуировочные графики строят в координатах: $N - \lg C$, где N — среднее значение показаний выходного измерительного устройства по каждому стандартному образцу для каждой определяемой примеси; C — аттестованное значение массовой доли определяемого элемента в СО.

При управлении спектрометром от ЭВМ калибровку спектрометра и получение результатов анализа проводят в соответствии с техническим описанием на прилагаемое к спектрометру программное обеспечение. Результаты параллельных определений и их среднеарифметические значения считывают с экрана монитора или печатающего устройства.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух результатов параллельных определений, если расхождение между ними не превышает значения норматива оперативного контроля сходимости d, приведенного в таблице 3.

Таблица 3 — Нормативы оперативного контроля качества результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$)

В процентах

Наименование элемента	Диапазон массовых долей элемента	Норматив оперативного контроля		Норматив контроля погрешности K
		сходимости d	воспроизводимости D	
Висмут	От 0,0010 до 0,0020 включ.	0,0006	0,0008	0,0007
	Св. 0,0020 » 0,0050 »	0,0008	0,0011	0,0009
	» 0,0050 » 0,0080 »	0,0015	0,0021	0,0010
	» 0,0080 » 0,0200 »	0,0020	0,0030	0,0014
	» 0,020 » 0,040 »	0,005	0,007	0,003
	» 0,040 » 0,080 »	0,010	0,014	0,006
	» 0,080 » 0,162 »	0,015	0,021	0,012
Железо	От 0,0044 до 0,0100 включ.	0,0020	0,0028	0,0016
	Св. 0,010 » 0,030 »	0,004	0,006	0,004
	» 0,030 » 0,062 »	0,008	0,011	0,008
Медь	От 0,0023 до 0,0050 включ.	0,0010	0,0014	0,0004
	Св. 0,0050 » 0,0080 »	0,0020	0,0028	0,0008
	» 0,0080 » 0,0200 »	0,0030	0,0042	0,0011
	» 0,020 » 0,060 »	0,005	0,007	0,005
	» 0,060 » 0,193 »	0,015	0,021	0,012
Свинец	От 0,0073 до 0,0200 включ.	0,0030	0,0042	0,0020
	Св. 0,020 » 0,050 »	0,005	0,007	0,005
	» 0,050 » 0,100 »	0,010	0,014	0,010
	» 0,100 » 0,300 »	0,030	0,042	0,030
	» 0,300 » 0,600 »	0,050	0,070	0,050
	» 0,60 » 0,94 »	0,10	0,14	0,10
Сурьма	От 0,0033 до 0,0080 включ.	0,0020	0,0028	0,0008
	Св. 0,0080 » 0,0200 »	0,0030	0,0042	0,0020
	» 0,020 » 0,060 »	0,005	0,007	0,004
	» 0,060 » 0,100 »	0,010	0,014	0,008
	» 0,100 » 0,320 »	0,020	0,028	0,020
Мышьяк	От 0,0101 до 0,0400 включ.	0,0050	0,0070	0,0040
	Св. 0,040 » 0,073 »	0,010	0,014	0,008

При расхождении результатов параллельных определений более допускаемого значения анализ пробы повторяют.

При повторном превышении норматива оперативного контроля сходимости d выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа, и устраняют их.

5.6 Контроль качества результатов анализа

Контроль качества результатов анализа проводят по ГОСТ 25086 и другим нормативным документам.

Контроль точности результатов анализа проводят не реже одного раза в месяц, а также после длительных перерывов и других изменений, влияющих на результат анализа.

В качестве норматива при контроле точности результатов анализа используют значения норматива контроля погрешности метода анализа K, приведенные в таблице 3.

Нормативы оперативного контроля сходимости двух результатов параллельных определений d и воспроизводимости двух результатов анализа D приведены в таблице 3.

6 Метод атомно-эмиссионного спектрального анализа с возбуждением спектра индуктивно связанной плазмой

6.1 Метод анализа

Метод основан на возбуждении спектра индуктивно связанной плазмой с последующей регистрацией излучения спектральных линий фотоэлектрическим способом. При проведении анализа используют зависимость интенсивностей спектральных линий элементов от их массовых долей в пробе. Пробу предварительно растворяют в смеси соляной и азотной кислот.

Метод предназначен для определения массовых долей свинца, алюминия, висмута, железа, индия, кадмия, меди, мышьяка, никеля, сурьмы и цинка в олове.

Диапазоны определяемых массовых долей элементов приведены в таблице 4.

Таблица 4 — Диапазоны определяемых массовых долей элементов

В процентах

Наименование элемента	Диапазон массовых долей элемента	Наименование элемента	Диапазон массовых долей элемента
Свинец	От 0,00005 до 0,01 (5) » 0,005 » 0,25 (1)	Медь	От 0,00001 до 0,01 (5) » 0,005 » 0,05 (1)
Алюминий	От 0,00001 до 0,01 (5) » 0,005 » 0,05 (1)	Мышьяк	От 0,0005 до 0,01 (5) » 0,005 » 0,05 (1)
Висмут	От 0,0005 до 0,01 (5) » 0,005 » 0,05 (1)	Никель	От 0,00001 до 0,01 (5) » 0,005 » 0,05 (1)
Железо	От 0,00001 до 0,01 (5) » 0,005 » 0,05 (1)	Сурьма	От 0,0005 до 0,01 (5) » 0,005 » 0,05 (1)
Индий	От 0,0005 до 0,01 (5) » 0,005 » 0,05 (1)	Цинк	От 0,00001 до 0,01 (5) » 0,005 » 0,05 (1)
Кадмий	От 0,00001 до 0,01 (5) » 0,005 » 0,05 (1)		
Примечание — (5) — определение примесей проводят из навески пробы массой 5 г; (1) — определение примесей проводят из навески пробы массой 1 г.			

Допускаемые погрешности результатов анализа приведены в таблице 5.

Таблица 5 — Нормы погрешности результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$)

В процентах

Наименование элемента	Диапазон массовых долей элемента	Допускаемая погрешность $\pm\Delta$
Свинец, висмут, мышьяк, сурьма, индий	От 0,00005 до 0,00010 включ.	0,00001
	Св. 0,00010 » 0,00020 »	0,00003
	» 0,00020 » 0,00050 »	0,00006
	» 0,00050 » 0,00100 »	0,00012
	» 0,00100 » 0,00200 »	0,00024
	» 0,00200 » 0,00500 »	0,00060
	» 0,0050 » 0,0100 »	0,0012
	» 0,0100 » 0,0300 »	0,0030
	» 0,030 » 0,100 »	0,010
	» 0,100 » 0,250 »	0,020
Алюминий, железо, никель, кадмий, медь, цинк	От 0,00001 до 0,00010 включ.	0,00001
	Св. 0,00010 » 0,00020 »	0,00003
	» 0,00020 » 0,00050 »	0,00005
	» 0,00050 » 0,00100 »	0,00010
	» 0,00100 » 0,00200 »	0,00020
	» 0,00200 » 0,00500 »	0,00050
	» 0,0050 » 0,0100 »	0,0010
	» 0,0100 » 0,0500 »	0,0040

6.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Автоматизированный атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой в качестве источника возбуждения спектра со всеми принадлежностями.

Аргон по ГОСТ 10157.

Весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ 24104.

Колбы мерные вместимостью 100, 200 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$ по ГОСТ 29227.

Стаканы вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Мензурки вместимостью 25 и 50 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Колонка для получения деионизированной воды с катионитом КУ-2-8 по ГОСТ 20298.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, ос. ч., или по ГОСТ 4461, х. ч., очищенная методом перегонки.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, ос. ч., или по ГОСТ 3118, х. ч., очищенная методом перегонки.

Смесь кислот (соляной и азотной) в соотношении 5:1.

Олово чистотой не менее 99,9999 % по [2].

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069 или марки А5 по [3].

Висмут марки Ви00 по ГОСТ 10928.

Порошок железный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849 или железо восстановленное.

Индий металлический по ГОСТ 10297.

Кадмий марки не ниже Кд0 по ГОСТ 1467.

Медь марки М0к по ГОСТ 859.

Мышьяк металлический по [4].

Никель по ГОСТ 849 не ниже марки Н1.

Олово по ГОСТ 860 не ниже марки О1.

Свинец марки С1 по ГОСТ 3778.

Сурьма по ГОСТ 1089 не ниже марки СУ000.

Цинк по ГОСТ 3640 не ниже марки Ц0.

Стандартные образцы состава олова ГСО 669—ГСО 672, стандартные образцы предприятия (СОП), разработанные по ГОСТ 8.315.

Стандартный раствор индия массовой концентрации 1 $мг/см^3$: навеску индия массой 0,1000 г растворяют в 10 $см^3$ соляной кислоты.

Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают до метки водой.

Стандартный раствор мышьяка массовой концентрации 1 $мг/см^3$: навеску мышьяка массой 0,1000 растворяют в 10 $см^3$ смеси кислот при нагревании. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают до метки водой.

Стандартный раствор свинца массовой концентрации 1 $мг/см^3$: навеску свинца массой 0,100 г растворяют при умеренном нагревании в 5 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:5. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают до метки водой.

Стандартный раствор сурьмы массовой концентрации 1 $мг/см^3$: навеску сурьмы массой 0,100 г растворяют при умеренном нагревании в 10 $см^3$ смеси кислот. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:2.

Многоэлементный стандартный раствор (МЭС-1) алюминия, висмута, кадмия, меди, железа, никеля и цинка массовых концентраций 50 $мкг/см^3$: навески алюминия, висмута, кадмия, меди, железа, никеля и цинка массой по 0,1000 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют при умеренном нагревании в 25 $см^3$ смеси кислот. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 2000 $см^3$, добавляют 50 $см^3$ соляной кислоты и доливают до метки водой.

Многоэлементный стандартный раствор (МЭС-2) мышьяка, индия, сурьмы и свинца массовых концентраций 50 $мкг/см^3$: в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$ вводят по 10 $см^3$ стандартных растворов мышьяка, индия, сурьмы и свинца добавляют 40 $см^3$ соляной кислоты и доливают до метки водой.

Для приготовления растворов с известными концентрациями элементов допускается использовать государственные стандартные образцы растворов металлов.

6.3 Подготовка к анализу

6.3.1 Приготовление растворов сравнения для анализа навесок олова массой 5 г

Раствор сравнения (РС-0) массовой концентрации олова 50 $мг/см^3$: навеску олова массой 5 г растворяют при умеренном нагревании в 25 $см^3$ смеси кислот. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают до метки водой. Раствор РС-0 используют в качестве фонового раствора.

Раствор сравнения (РС-1) с массовой концентрацией олова 50 мг/см^3 и по 1 мкг/см^3 алюминия, висмута, кадмия, меди, мышьяка, железа, индия, никеля, сурьмы и цинка: навеску олова массой 5 г растворяют при умеренном нагревании в 25 см^3 смеси кислот. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят по 2 см^3 растворов МЭС-1 и МЭС-2 и доливают до метки водой.

Раствор сравнения (РС-2) с массовой концентрацией олова 50 мг/см^3 и по 2,5 мкг/см^3 алюминия, висмута, кадмия, меди, мышьяка, железа, индия, никеля, сурьмы и цинка: навеску олова массой 5 г растворяют при умеренном нагревании в 25 см^3 смеси кислот. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят по 5 см^3 растворов МЭС-1 и МЭС-2 и доливают до метки водой.

Раствор сравнения (РС-3) с массовой концентрацией олова 50 мг/см^3 и 10 мкг/см^3 свинца: навеску олова массой 5 г растворяют при умеренном нагревании в 25 см^3 смеси кислот. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, вводят 1 см^3 стандартного раствора свинца и доводят до метки водой.

6.3.2 Приготовление растворов сравнения для анализа навесок олова массой 1 г

Растворы сравнения для анализа навесок олова массой 1 г готовят аналогично растворам по 6.3.1, растворяя навеску олова массой 1 г.

6.3.3 Приготовление растворов проб

Навеску анализируемой пробы олова массой 5,000 г (или 1,000 г в зависимости от массовых долей примесей) в виде стружки растворяют при умеренном нагревании в 25 см^3 смеси кислот. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки водой.

6.4 Проведение анализа

Подготовку спектрометра к выполнению измерений проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации и обслуживанию прибора.

Инструментальные параметры спектрометра устанавливают в пределах, обеспечивающих максимальную чувствительность определения массовых долей элементов.

Рекомендуемые аналитические линии приведены в таблице 6.

Таблица 6 — Рекомендуемые аналитические линии

Наименование элемента	Длина волны аналитической линии, нм
Алюминий	396,152
Мышьяк	193,696
Висмут	223,061
Индий	230,606
Кадмий	226,502
Медь	324,754
Железо	259,940
Никель	341,476
Свинец	220,353
Сурьма	217,581
Цинк	213,856
Олово — линия сравнения	266,120

Допускается использование других аналитических линий при условии получения метрологических характеристик, отвечающих требованиям настоящего стандарта.

Последовательно вводят в плазму растворы сравнения и с помощью специальной программы методом наименьших квадратов строят градуировочные графики, которые вводят в долговременную память ЭВМ в виде зависимости.

Массовую концентрацию i-го элемента C_i, мкг/см^3, определяют по формуле

$$C_i = A + BI_i / I_{Sn}, \quad (1)$$

где A, B — коэффициенты регрессии для i-го элемента, определяемые методом наименьших квадратов;

I_i — интенсивность спектральной линии i-го элемента;

I_{Sn} — интенсивность линии сравнения.

Растворы анализируемых проб последовательно вводят в плазму и измеряют интенсивность аналитических линий определяемых элементов. В соответствии с программой для каждого раствора выполняют не менее двух измерений интенсивности и вычисляют среднее значение, по которому с помощью градуировочной характеристики находят массовую концентрацию элемента (мкг/см^3) в растворе пробы.

6.5 Обработка результатов

Массовую долю определяемого элемента X в пробе, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C\,V}{m\,1000 \cdot 1000}\,100, \qquad (2)$$

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

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы, г.

Массовые доли определяемых элементов в пробе и их среднеарифметические значения считывают с экрана монитора или ленты печатающего устройства.

Учет массы навески, разбавления проб и других переменных параметров проводят автоматически на стадии введения аналитической программы в компьютер.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух результатов параллельных определений, если расхождение между ними не превышает значения норматива оперативного контроля сходимости d, приведенного в таблице 7.

Таблица 7 — Нормативы оперативного контроля качества результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$)

В процентах

Наименование элемента	Диапазон массовых долей элемента	Норматив оперативного контроля		Норматив контроля погрешности K
		сходимости d	воспроизводимости D	
Свинец, висмут, мышьяк, сурьма, индий	От 0,00005 до 0,00010 включ.	0,00002	0,00002	0,00001
	Св. 0,00010 » 0,00020 »	0,00004	0,00006	0,00002
	» 0,00020 » 0,00050 »	0,00008	0,00011	0,00005
	» 0,00050 » 0,00100 »	0,00017	0,00024	0,00010
	» 0,00100 » 0,00200 »	0,00025	0,00035	0,00020
	» 0,0020 » 0,0050 »	0,0006	0,0008	0,0005
	» 0,0050 » 0,0100 »	0,0012	0,0017	0,0010
	» 0,0100 » 0,0300 »	0,0028	0,0040	0,0024
	» 0,030 » 0,100 »	0,009	0,013	0,008
	» 0,100 » 0,250 »	0,025	0,035	0,016
Алюминий, железо, никель, кадмий, медь, цинк	От 0,00001 до 0,00010 включ.	0,00001	0,00002	0,00001
	Св. 0,00010 » 0,00020 »	0,00005	0,00008	0,00002
	» 0,00020 » 0,00050 »	0,00008	0,00011	0,00004
	» 0,00050 » 0,00100 »	0,00016	0,00022	0,00008
	» 0,00100 » 0,00200 »	0,00028	0,00040	0,00016
	» 0,00200 » 0,00500 »	0,00038	0,00053	0,00040
	» 0,0050 » 0,0100 »	0,0008	0,0011	0,0008
	» 0,0100 » 0,0500 »	0,0034	0,0048	0,0030

При расхождении результатов параллельных определений более допускаемого анализ пробы повторяют.

При повторном превышении норматива оперативного контроля сходимости d выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа, и устраняют их.

6.6 Контроль качества результатов анализа

Контроль качества результатов анализа проводят по ГОСТ 25086 и другим нормативным документам.

Контроль точности результатов анализа проводят не реже одного раза в месяц, а также после длительных перерывов и других изменений, влияющих на результат анализа.

В качестве норматива при контроле точности используют значения норматива контроля погрешности K, приведенные в таблице 7.

Нормативы оперативного контроля сходимости результатов двух параллельных определений d и воспроизводимости результатов анализа D приведены в таблице 7.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Условия проведения анализа и технические характеристики приборов

Таблица А.1

Аппаратура, контролируемые параметры	Спектрограф	Спектрометр
Тип прибора	ИСП-28, ИСП-30	МФС-4 (6, 8), ДФС-36 (40, 41, 51)
Генератор, тип	ИГ-3, ИВС-23, УГЭ-1 (4)	ИГ-3, ИВС-23, УГЭ-1 (4)
Сила тока, А	1,5—4,0	1,5—4,0
Емкость, мкФ	0,005; 0,01; 0,02	0,005; 0,01; 0,02
Индуктивность, мГн	0,01; 0,05; 0,15; 0,55	0,01; 0,05; 0,15; 0,55
Аналитический промежуток, мм	1,5—2,5	1,5—2,5
Ширина щели, мм	0,015—0,025	0,015—0,025
Время экспозиции, с	20—30	5—20

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 6-17-678—84 Фотопластинки спектрографические
[2] ТУ 48-0220-39—90 Олово высокой чистоты марки ОВЧ-0000
[3] ТУ 48-5-288—88 Чушки и слитки из алюминия чистотой 99,999 % марки А 5
[4] ТУ 113-12-112—89 Мышьяк металлический для полупроводниковых соединений, ос. ч.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(справочное)

Нормативный документ, действующий на территории Российской Федерации

МИ 2335—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 669.6:543.06:006.354 МКС 77.120.60 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: олово, элементы, определение массовой доли элемента, атомно-эмиссионный спектральный метод, искровой разряд, индуктивно связанная плазма

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 28.07.2008. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ.л. 1,86. Уч.-изд.л. 1,60. Тираж 74 экз. Зак. 973.

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

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