МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34418— 2018

ПАЛЛАДИЙ

Методы атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением спектра

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Красноярский завод цветных металлов имени В.Н. Гулидова» (ОАО «Красцветмет»), ОАО «Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов», Государственным учреждением по формированию Государственного фонда драгоценных металлов и драгоценных камней Российской Федерации, хранению, отпуску и использованию драгоценных металлов и драгоценных камней (Гохран России) при Министерстве финансов Российской Федерации

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации МТК 102 «Платиновые металлы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 мая 2018 г. № 109-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 7 ноября 2018 г. № 940-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34418—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2019 г.

5 Настоящий стандарт разработан на основе применения ГОСТ Р 52951—2008*

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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 (*gost.e-ecolog.ru

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 7 ноября 2018 г. № 940-ст ГОСТ Р 52951—2008 отменен с 1 марта 2019 г.

© Стандартинформ, оформление, 2018

В Российской Федерации 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 1
3 Термины и определения 2
4 Требования 2
5 Сущность метода 2
6 Точность (правильность и прецизионность) 3
7 Методы анализа 6
7.1 Спектрометрический метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением спектра 6
7.2 Спектрографический метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением 8
Приложение А (обязательное) Таблица значений $\lg(I_п/I_ф)$, соответствующих измеренным значениям $\Delta S/\gamma$ 12
Библиография 16

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПАЛЛАДИЙ

Методы атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением спектра

Palladium. Methods of atomic-emission analysis with arc excitement of a range

Дата введения — 2019—03—01

1 Область применения

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

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.010—2013[1)] Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ ISO 5725-1—2003[2)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ISO 5725-2—2003[3)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ ISO 5725-4—2003[4)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

[1)] В Российской Федерации наряду с указанным действует ГОСТ Р 8.563—2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений».

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения».

[3)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений».

[4)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений».

Издание официальное

ГОСТ ISO 5725-6—2003[1)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 18300—87[2)] Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

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

ГОСТ 31291—2005 Палладий аффинированный. 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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины и определения по ГОСТ ISO 5725-1 и ГОСТ 8.010.

4 Требования

4.1 Общие требования и требования безопасности

Общие требования, требования к обеспечению безопасности выполняемых работ и обеспечению экологической безопасности — по нормативным документам на общие требования к методам анализа драгоценных металлов и их сплавов.

4.2 Требования к квалификации исполнителей

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

5 Сущность метода

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

Методы позволяют определить массовую долю элементов-примесей в диапазонах, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 — Диапазоны измерений массовых долей определяемых элементов-примесей

В процентах

Определяемый элемент	Диапазон измерения массовой доли		
	Фотоэлектрическая регистрация	Фотографическая регистрация	
		Постоянный ток	Переменный ток
Алюминий	От 0,0002 до 0,040 включ.	От 0,0005 до 0,0040 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Висмут	От 0,00010 до 0,010 включ.	—	—
Железо	От 0,00010 до 0,10 включ.	От 0,0005 до 0,0040 включ.	От 0,0020 до 0,050 включ.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

Окончание таблицы 1

В процентах

Определяемый элемент	Диапазон измерения массовой доли		
	Фотоэлектрическая регистрация	Фотографическая регистрация	
		Постоянный ток	Переменный ток
Золото	От 0,0002 до 0,050 включ.	От 0,0005 до 0,0040 включ.	От 0,0010 до 0,050 включ.
Иридий	От 0,0010 до 0,10 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.	От 0,0020 до 0,10 включ.
Кальций	От 0,0004 до 0,020 включ.	От 0,0005 до 0,010 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Кобальт	От 0,00010 до 0,010 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Кремний	От 0,0002 до 0,040 включ.	От 0,0005 до 0,0040 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Магний	От 0,00010 до 0,030 включ.	От 0,0005 до 0,0040 включ.	От 0,0010 до 0,010 включ.
Марганец	От 0,00010 до 0,010 включ.	От 0,0005 до 0,010 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Медь	От 0,00010 до 0,030 включ.	От 0,0005 до 0,0010 включ.	От 0,0010 до 0,010 включ.
Никель	От 0,00010 до 0,050 включ.	От 0,0005 до 0,0040 включ.	От 0,0010 до 0,010 включ.
Олово	От 0,00010 до 0,020 включ.	От 0,0005 до 0,0040 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Осмий	От 0,0003 до 0,010 включ.	От 0,0010 до 0,010 включ.	От 0,0020 до 0,010 включ.
Платина	От 0,0010 до 0,10 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.	От 0,0020 до 0,10 включ.
Рений	От 0,0005 до 0,0060 включ.	—	—
Родий	От 0,0010 до 0,10 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.	От 0,0020 до 0,10 включ.
Рутений	От 0,0010 до 0,10 включ.	От 0,0010 до 0,0040 включ.	От 0,0020 до 0,10 включ.
Свинец	От 0,0002 до 0,020 включ.	От 0,0005 до 0,020 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Серебро	От 0,0005 до 0,020 включ.	От 0,0005 до 0,010 включ.	От 0,0005 до 0,010 включ.
Сурьма	От 0,0010 до 0,050 включ.	От 0,0005 до 0,020 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Теллур	От 0,0005 до 0,010 включ.	От 0,0005 до 0,020 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Титан	От 0,00010 до 0,0050 включ.	—	—
Хром	От 0,0003 до 0,030 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.
Цинк	От 0,0003 до 0,030 включ.	От 0,0005 до 0,010 включ.	От 0,0010 до 0,020 включ.

6 Точность (правильность и прецизионность)

6.1 Правильность

Для оценки систематической погрешности данного метода определения элементов-примесей в палладии используют в качестве опорных значений аттестованные значения массовых долей элементов в государственных стандартных образцах состава палладия ГСО 7330—96 (комплект Пд-28) и ГСО 7615—99 (комплект Пд-36) или других ГСО, не уступающих по набору определяемых элементов и метрологическим характеристикам.

Систематическая погрешность метода при уровне значимости α = 5 % незначима по ГОСТ ISO 5725-4 для всех определяемых элементов-примесей в палладии всех уровнях определяемых содержаний.

6.2 Прецизионность

6.2.1 Диапазон (X_{max}—X_{min}) результатов четырех определений, полученных в условиях повторяемости (для одной и той же пробы одним оператором с использованием одного и того же оборудования в пределах кратчайшего из возможных интервалов времени), может превышать указанный в таблицах 2-3 критический диапазон $CR_{0,95}(4)$ для n = 4 по ГОСТ ISO 5725-6 в среднем не более одного раза на 20 случаев.

6.2.2 В пределах одной лаборатории два результата анализа одной и той же пробы, полученные в условиях промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности (разными операторами с использованием одного и того же оборудования в разные дни), могут различаться с превышением указанного в таблицах 2-3 предела промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$ по ГОСТ ISO 5725-3 в среднем не более одного раза на 20 случаев.

6.2.3 Результаты анализа проб одной и той же пробы, полученные двумя лабораториями, могут различаться с превышением указанного в таблицах 2-3 предела воспроизводимости R по ГОСТ ISO 5725-1 в среднем не более одного раза на 20 случаев.

Таблица 2 — Показатели точности спектрометрического метода с дуговым возбуждением спектра при $P = 0,95$

В процентах

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

Таблица 3 — Показатели точности спектрографического метода с дуговым возбуждением спектра при $P = 0,95$

В процентах

Уровень массовых долей определяемых элементов-примесей	Граница интервала абсолютной погрешности ±Δ	Стандартное отклонение повторяемости S_r	Критический диапазон $CR_{0,95}(4)$	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$	Предел промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$	Предел воспроизводимости R
0,0005	0,0004	0,0002	0,0007	0,0002	0,0006	0,0007
0,0008	0,0006	0,0003	0,0010	0,0003	0,0008	0,0010
0,0010	0,0011	0,0004	0,0014	0,0005	0,0015	0,0018
0,0020	0,0029	0,0008	0,0030	0,0015	0,0042	0,0050
0,0030	0,0035	0,0011	0,0040	0,0018	0,0050	0,0060
0,0050	0,0047	0,0017	0,0060	0,0024	0,0067	0,0080
0,010	0,007	0,002	0,007	0,004	0,010	0,012
0,020	0,011	0,003	0,010	0,005	0,015	0,018
0,030	0,013	0,003	0,012	0,007	0,019	0,023
0,050	0,017	0,004	0,015	0,008	0,023	0,028
0,08	0,02	0,007	0,02	0,011	0,03	0,04
0,10	0,02	0,008	0,03	0,012	0,03	0,04

6.3 Контроль точности результатов анализа

6.3.1 Контроль промежуточной прецизионности и воспроизводимости

При контроле промежуточной прецизионности (с изменяющимися факторами оператора и времени) абсолютное расхождение двух результатов анализа (из четырех единичных определений каждый) одной и той же пробы, полученных разными операторами с использованием одного и того же оборудования в разные дни, не должно превышать предел промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$, указанный в таблицах 2-3.

Если условие не выполнено, проведение анализов прекращают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

При контроле воспроизводимости абсолютное расхождение двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных двумя лабораториями, в соответствии с требованиями настоящего стандарта не должно превышать предел воспроизводимости R, указанный в таблицах 2-3 .

6.3.2 Контроль правильности

Контроль правильности проводят путем анализа СО палладия. Образцы, используемые для контроля правильности, не могут быть использованы для получения градуировочных зависимостей.

При контроле правильности разность между результатами анализа и принятым опорным (аттестованным) значением содержания элемента-примеси в СО не должна превышать критическое значение K.

Критическое значение K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{ат}^2 + \Delta^2}, \quad (1)$$

где $\Delta_{ат}$ — абсолютная погрешность опорного (аттестованного) значения содержания элемента-примеси в СО, %;

Δ — границы интервала абсолютной погрешности результата анализа X (значения Δ приведены в таблицах 2-3), %.

6.3.3 Показатели точности метода

Показатели точности метода по ГОСТ ISO 5725-2 и ГОСТ ISO 5725-3: границы интервала, в котором с вероятностью $P = 0,95$ находятся абсолютная погрешность результатов анализа (приписанная погрешность) Δ, стандартные отклонения повторяемости S_r и промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$, значения критического диапазона $CR_{0,95}(4)$, предела промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$ и предела воспроизводимости R в зависимости от массовой доли определяемого элемента-примеси, приведены в таблицах 2 и 3.

Для промежуточных значений массовых долей показатели точности рассчитывают методом линейной интерполяции по следующей формуле

$$A_x = A_н + (X - C_н)\frac{A_в - A_н}{C_в - C_н}, \quad (2)$$

где A_x — значения показателей точности для результата анализа X, %;

$A_н$, $A_в$ — значения показателей точности, соответствующие нижнему и верхнему уровню массовых долей определяемых элементов, между которыми находится результат анализа, %;

X — результат анализа, %;

$C_н$, $C_в$ — значения нижнего и верхнего уровня массовых долей элементов, между которыми находится результат анализа, %.

6.3.4 Оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа

6.3.4.1 Приемлемость результатов параллельных определений оценивают в соответствии с ГОСТ ISO 5725-6 путем сопоставления диапазона этих результатов (X_{max}—X_{min}) с критическим диапазоном $CR_{0,95}(4)$, приведенным в таблицах 2-3.

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

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

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

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

где S_r — значение стандартного отклонения повторяемости, приведенное в таблицах 2-3.

Если для полученных восьми параллельных определений значение (X_{max} — X_{min}) не превышает критический диапазон $CR_{0.95}(8)$, то в качестве окончательного результата анализа принимают среднеарифметическое значение результатов восьми параллельных определений. В противном случае в качестве окончательного результата анализа принимают медиану результатов восьми параллельных определений, если в нормативных документах данного предприятия не предусмотрено иное.

7 Методы анализа

7.1 Спектрометрический метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением спектра

При спектрометрическом методе используют фотоэлектрический способ регистрации эмиссионных спектров.

Метод позволяет определять массовые доли примесей в диапазонах, приведенных в таблице 1, с показателями точности метода анализа, приведенными в таблице 2.

7.1.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

- спектрометр с генератором дуги постоянного (переменного) тока или аналитический комплекс на базе спектрографа средней дисперсии с анализатором эмиссионных спектров типа МАЭС и генератором дуги постоянного (переменного) тока, предназначенный для получения спектров в диапазоне от 210 до 350 нм;
- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,001 г;
- плита электрическая с закрытой спиралью;
- пресс-форма стальная;
- станок для заточки графитовых электродов с набором фрез;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- кислота соляная ос. ч по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1;
- образцы для градуировки (образцы палладия с ранее установленными в данной лаборатории значениями массовых долей элементов-примесей);
- спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300;
- стаканы химические термостойкие по ГОСТ 25336;
- СО состава палладия (комплект Пд-36) ГСО 7615—99 или другие СО, не уступающие по составу элементов-примесей и точности;
- электроды графитовые по [1] диаметром 6 мм с кратером глубиной от 1 до 3 мм и диаметром 4 мм;
- электроды графитовые по [1] диаметром 6 мм, заточенные на полусферу или усеченный конус.

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

7.1.2 Отбор и подготовка проб

7.1.2.1 Отбор проб проводят по ГОСТ 31291.

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

7.1.2.3 Пробы, поступающие на анализ в виде ленты, проволоки или стружки, для удаления поверхностных загрязнений кипятят в растворе соляной кислоты 1:1, в течение 3—5 мин. Полученный раствор сливают, пробы промывают дистиллированной водой декантацией четыре-пять раз и высушивают на воздухе. Пробы порошка и губки раствором кислоты не обрабатывают.

7.1.2.4 От лабораторных проб палладия отбирают по четыре навески, от образцов для градуировки или СО — по две навески массой не менее 0,1 г каждая. Навески в виде порошка запрессовывают в кратер графитового электрода.

7.1.3 Подготовка оборудования к проведению измерений

7.1.3.1 Оборудование подготавливают к работе согласно эксплуатационным документам. Длины волн аналитических линий и рабочие режимы спектрометра приведены в таблицах 4 и 5 соответственно. Допускается использование других аналитических линий и рабочих режимов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 2.

7.1.3.2 Электрододержатели очищают спиртом от поверхностных загрязнений.

7.1.3.3 Включают водяное охлаждение электрододержателей.

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

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

Таблица 4 — Длины волн аналитических линий

В нанометрах

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии	Длина волны линии сравнения (палладий)	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии	Длина волны линии сравнения (палладий)
Алюминий	309,27	237,21 307,52	Иридий	266,47	271,57, фон
				292,48	307,52
				322,08	307,52
Висмут	289,79	Фон	Кальций	315,88	Фон
	306,77	Фон			
Железо	296,69	Фон	Кобальт	241,16	Фон
	302,06	302,17; 307,52		345,35	
	302,11	Фон			
Золото	267,59	268,62, фон	Кремний	251,92	Фон
				242,85	307,52
Магний	280,27	Фон	Рутений	366,13	356,66
				298,89	Фон
				343,67	307,52
Марганец	260,56	Фон	Свинец	283,30	237,21
	279,48	307,52			
	259,37	Фон			
Медь	324,73	321,89, фон	Серебро	309,91	237,21
	296,1	Фон		338,29	Фон
Никель	341,47	332,09	Сурьма	259,80	Фон
	301,20	Фон			
	310,5	Фон			
	305,08	307,52			
	339,29	307,52			
Олово	317,50	Фон	Теллур	238,57	Фон
Осмий	290,90	237,21	Титан	308,80	237,21
				318,08	237,21
Платина	270,58	268,62	Хром	284,32	Фон
	299,79	Фон			
	265,94	307,52			
Рений	342,46	237,21	Цинк	334,50	Фон
				328,23	Фон
				213,85	213,85

Окончание таблицы 4

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии	Длина волны линии сравнения (палладий)	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии	Длина волны линии сравнения (палладий)
Родий	332,30 343,48	362,09 307,52, фон			

Таблица 5— Рекомендуемые рабочие режимы

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

7.1.4 Проведение измерений

7.1.4.1 Для получения градуировочной зависимости проводят измерение интенсивности аналитических линий определяемых элементов, фона и линии сравнения (внутреннего стандарта) для СО (образцов для градуировки). Для каждого из определяемых элементов выбирают одну из рекомендуемых аналитических линий (таблица 4). Допускается использование других аналитических линий при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 2.

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

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

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

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

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

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение четырех (восьми) результатов параллельных определений при условии выполнения требований раздела 6.

7.2 Спектрографический метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением

При спектрографическом методе используют фотографическую регистрацию эмиссионных спектров.

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

7.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

- спектрограф дифракционный с трехлинзовой системой конденсоров, предназначенный для получения и фотографирования спектров в диапазоне от 240 до 350 нм с обратной линейной дисперсией 0,6—0,7 нм/мм;

- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,005 г;
- генератор дуги постоянного или переменного тока силой не более 15 А;
- микроденситометр, предназначенный для измерения оптической плотности (почернения) спектральных линий;
- плита электрическая с закрытой спиралью;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- кислота соляная ос. ч по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1;
- образцы для градуировки (образцы палладия с ранее установленными в данной лаборатории значениями массовых долей элементов-примесей);
- проявитель контрастный и фиксаж для фотопластинок;
- спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300;
- стаканы химические термостойкие по ГОСТ 25336;
- СО состава палладия (комплект Пд-36) ГСО 7615—99 или другие СО, не уступающие по составу элементов-примесей и точности;
- фотопластинки спектральные, обеспечивающие нормальное почернение;
- электроды графитовые по [1] диаметром 6 мм с кратером глубиной от 1 до 3 мм и диаметром 4 мм;
- электроды графитовые по [1] диаметром 6 мм, заточенные на полусферу или усеченный конус.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 3.

7.2.2 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб к анализу — по 7.1.2.

7.2.3 Подготовка оборудования к проведению измерений

Оборудование подготавливают к работе по 7.1.3.

Рабочие режимы приборов, длины волн аналитических линий и линий сравнения и фона, рекомендуемые для выполнения анализа, приведены в таблицах 6 и 7 соответственно. Для каждого определяемого элемента выбирают одну из рекомендуемых длин волн. Допускается использование других аналитических линий и рабочих режимов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 3.

Таблица 6— Рекомендуемые рабочие режимы

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

Таблица 7 — Длины волн аналитических линий

В нанометрах

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии	Длина волны линии сравнения (палладий)
Алюминий	309,27	Фон,306,61
Железо	302,06	Фон, 302,17
Золото	267,59	Фон, 268,62
Иридий	266,47	Фон, 268,62
	322,0	Фон, 321,89

Окончание таблицы 7

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии	Длина волны линии сравнения (палладий)
Кальций	315,89	Фон, 321,89
Кобальт	241,16	Фон, 268,62
	345,35	Фон, 302,17
Кремний	288,15	Фон, 302,17
Магний	285,21	Фон, 302,17
	280,2	Фон, 302,17
Марганец	259,37	Фон, 268,62
	260,57	Фон, 268,62
Медь	324,75	Фон, 321,89
	327,3	Фон, 321,89
Никель	341,47	Фон, 332,09
	301,2	Фон, 302,17
Олово	286,33	Фон, 302,17
	317,5	Фон, 321,89
Осмий	283,86	Фон, 268,62
Платина	270,58	Фон, 268,62
	299,4	Фон, 302,17
Родий	332,30	Фон, 332,09
Рутений	366,13	Фон, 356,66
	298,89	Фон, 302,17
Свинец	283,30	Фон, 302,17
Серебро	328,06	Фон, 328,72
	338,2	Фон, 332,09
Сурьма	287,7	Фон, 302,17
Теллур	238,5	Фон, 268,62
Хром	284,32	Фон, 268,62
	286,51	Фон, 268,62
Цинк	334,5	Фон, 332,09

Примечание — Фон означает, что в качестве линии сравнения выбирают длину волны, соответствующую минимальному почернению фотопластинки рядом с аналитической линией определяемого элемента (с любой стороны, но с одной и той же для линии данного элемента во всех спектрах фотопластинки).

7.2.4 Проведение измерений

7.2.4.1 Для получения градуировочного графика используют СО состава палладия или образцы для градуировки. Спектры каждого СО (образца для градуировки) и анализируемой пробы фотографируют в одинаковых условиях. Для каждого СО (образца для градуировки) получают две, а для анализируемой пробы — четыре спектрограммы.

7.2.4.2 При массовой доле элементов в пробе, превышающей значение верхней границы интервала содержаний с использованием постоянного тока, указанной в таблице 1, фотографирование спектров проводят повторно с применением переменного тока.

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

7.2.4.4 С помощью микроденситометра на каждой спектрограмме измеряют почернение аналитической линии определяемого элемента $S_{л+ф}$ (таблица 7) 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 $\Delta S = S_{п+ф} - S_{ф}(S_{ср+ф})$. По значениям ΔS_1 и ΔS_2, полученным по двум спектрограммам для каждого СО, находят среднеарифметическое значение $\Delta\overline{S}$. От средних значений $\Delta\overline{S}$ для СО и ΔS, полученных по четырем спектрограммам для каждой анализируемой пробы, переходят к значениям логарифмов относительной интенсивности $\lg(I_п/I_ф)$ по таблице А.1 приложения А. Используя значения $\lg C$ и $\lg(I_п/I_ф)$, полученные для СО, строят на масштабно-координатной бумаге градуировочный график в координатах $\lg C - \lg(I_п/I_ф)$, где C — массовая доля, %, определяемого элемента в СО (образце для градуировки). По четырем значениям ($\lg C$, $\lg(I_п/I_ф)_1 \div \lg C$, $\lg(I_п/I_ф)_4$, полученным по четырем спектрограммам для каждого определяемого элемента, находят по графику значения X — логарифмы значения массовой доли. По формуле $C = 10^X$ вычисляют значения массовых долей каждого элемента-примеси в анализируемой пробе — результаты параллельных определений.

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 6.

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

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

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение четырех (восьми) результатов параллельных определений при условии выполнения требований раздела 6.

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 $\lg(I_л/I_ф)$.

Таблица содержит результаты расчета по формуле

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

где ΔS — разность плотности почернений на фотопластинке;

γ — фактор контрастности.

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

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

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

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

где $\Delta S = S_{л+ф} - S_ф$.

Пользуясь формулой (А.2), получают $\lg(I_л/I_ф) = \lg(I_{л+ф}/I_ф - 1) = \lg(10^{\Delta S/\gamma} - 1)$.

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

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

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

Окончание таблицы построено аналогичным образом с той разницей, что значения $\Delta S/\gamma$ в интервале от 1,00 до 1,99 приведены с одним знаком после запятой, а цифры в головках других граф обозначают второй после запятой знак значения $\Delta S/\gamma$.

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

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

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

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

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

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

$\Delta S/\gamma$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,05	$\bar{1}$,086	$\bar{1}$,096	$\bar{1}$,104	$\bar{1}$,113	$\bar{1}$,122	$\bar{1}$,130	$\bar{1}$,139	$\bar{1}$,147	$\bar{1}$,155	$\bar{1}$,163
0,06	$\bar{1}$,171	$\bar{1}$,178	$\bar{1}$,186	$\bar{1}$,193	$\bar{1}$,201	$\bar{1}$,208	$\bar{1}$,215	$\bar{1}$,222	$\bar{1}$,229	$\bar{1}$,236
0,07	$\bar{1}$,243	$\bar{1}$,249	$\bar{1}$,256	$\bar{1}$,263	$\bar{1}$,269	$\bar{1}$,275	$\bar{1}$,282	$\bar{1}$,288	$\bar{1}$,294	$\bar{1}$,300
0,08	$\bar{1}$,306	$\bar{1}$,312	$\bar{1}$,318	$\bar{1}$,323	$\bar{1}$,329	$\bar{1}$,335	$\bar{1}$,340	$\bar{1}$,346	$\bar{1}$,351	$\bar{1}$,357
0,09	$\bar{1}$,362	$\bar{1}$,368	$\bar{1}$,373	$\bar{1}$,378	$\bar{1}$,383	$\bar{1}$,388	$\bar{1}$,393	$\bar{1}$,398	$\bar{1}$,403	$\bar{1}$,408
0,10	$\bar{1}$,413	$\bar{1}$,418	$\bar{1}$,423	$\bar{1}$,428	$\bar{1}$,432	$\bar{1}$,437	$\bar{1}$,442	$\bar{1}$,446	$\bar{1}$,451	$\bar{1}$,455
0,11	$\bar{1}$,460	$\bar{1}$,464	$\bar{1}$,469	$\bar{1}$,473	$\bar{1}$,477	$\bar{1}$,482	$\bar{1}$,486	$\bar{1}$,490	$\bar{1}$,494	$\bar{1}$,499
0,12	$\bar{1}$,503	$\bar{1}$,507	$\bar{1}$,511	$\bar{1}$,515	$\bar{1}$,519	$\bar{1}$,523	$\bar{1}$,527	$\bar{1}$,531	$\bar{1}$,535	$\bar{1}$,539
0,13	$\bar{1}$,543	$\bar{1}$,547	$\bar{1}$,550	$\bar{1}$,554	$\bar{1}$,558	$\bar{1}$,562	$\bar{1}$,566	$\bar{1}$,569	$\bar{1}$,573	$\bar{1}$,577
0,14	$\bar{1}$,580	$\bar{1}$,584	$\bar{1}$,587	$\bar{1}$,591	$\bar{1}$,595	$\bar{1}$,598	$\bar{1}$,602	$\bar{1}$,605	$\bar{1}$,609	$\bar{1}$,612
0,15	$\bar{1}$,615	$\bar{1}$,619	$\bar{1}$,622	$\bar{1}$,626	$\bar{1}$,629	$\bar{1}$,632	$\bar{1}$,636	$\bar{1}$,639	$\bar{1}$,642	$\bar{1}$,646
0,16	$\bar{1}$,649	$\bar{1}$,652	$\bar{1}$,655	$\bar{1}$,658	$\bar{1}$,662	$\bar{1}$,665	$\bar{1}$,668	$\bar{1}$,671	$\bar{1}$,674	$\bar{1}$,677

Продолжение таблицы А.1

$\Delta S/\gamma$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,17	$\bar{1}$,680	$\bar{1}$,684	$\bar{1}$,687	$\bar{1}$,690	$\bar{1}$,693	$\bar{1}$,696	$\bar{1}$,699	$\bar{1}$,702	$\bar{1}$,705	$\bar{1}$,708
0,18	$\bar{1}$,711	$\bar{1}$,714	$\bar{1}$,716	$\bar{1}$,719	$\bar{1}$,722	$\bar{1}$,725	$\bar{1}$,728	$\bar{1}$,731	$\bar{1}$,734	$\bar{1}$,737
0,19	$\bar{1}$,739	$\bar{1}$,742	$\bar{1}$,745	$\bar{1}$,748	$\bar{1}$,751	$\bar{1}$,753	$\bar{1}$,756	$\bar{1}$,759	$\bar{1}$,762	$\bar{1}$,764
0,20	$\bar{1}$,767	$\bar{1}$,770	$\bar{1}$,772	$\bar{1}$,775	$\bar{1}$,778	$\bar{1}$,780	$\bar{1}$,783	$\bar{1}$,786	$\bar{1}$,788	$\bar{1}$,791
0,21	$\bar{1}$,794	$\bar{1}$,796	$\bar{1}$,799	$\bar{1}$,801	$\bar{1}$,804	$\bar{1}$,807	$\bar{1}$,809	$\bar{1}$,812	$\bar{1}$,814	$\bar{1}$,817
0,22	$\bar{1}$,819	$\bar{1}$,822	$\bar{1}$,824	$\bar{1}$,827	$\bar{1}$,829	$\bar{1}$,832	$\bar{1}$,834	$\bar{1}$,837	$\bar{1}$,839	$\bar{1}$,842
0,23	$\bar{1}$,844	$\bar{1}$,846	$\bar{1}$,849	$\bar{1}$,851	$\bar{1}$,854	$\bar{1}$,856	$\bar{1}$,858	$\bar{1}$,861	$\bar{1}$,863	$\bar{1}$,866
0,24	$\bar{1}$,868	$\bar{1}$,870	$\bar{1}$,873	$\bar{1}$,875	$\bar{1}$,877	$\bar{1}$,880	$\bar{1}$,882	$\bar{1}$,884	$\bar{1}$,887	$\bar{1}$,889
0,25	$\bar{1}$,891	$\bar{1}$,893	$\bar{1}$,896	$\bar{1}$,898	$\bar{1}$,900	$\bar{1}$,902	$\bar{1}$,905	$\bar{1}$,907	$\bar{1}$,909	$\bar{1}$,911
0,26	$\bar{1}$,914	$\bar{1}$,916	$\bar{1}$,918	$\bar{1}$,920	$\bar{1}$,922	$\bar{1}$,925	$\bar{1}$,927	$\bar{1}$,929	$\bar{1}$,931	$\bar{1}$,933
0,27	$\bar{1}$,936	$\bar{1}$,938	$\bar{1}$,940	$\bar{1}$,942	$\bar{1}$,944	$\bar{1}$,946	$\bar{1}$,948	$\bar{1}$,951	$\bar{1}$,953	$\bar{1}$,955
0,28	$\bar{1}$,957	$\bar{1}$,959	$\bar{1}$,961	$\bar{1}$,963	$\bar{1}$,965	$\bar{1}$,967	$\bar{1}$,969	$\bar{1}$,971	$\bar{1}$,974	$\bar{1}$,976
0,29	$\bar{1}$,978	$\bar{1}$,980	$\bar{1}$,982	$\bar{1}$,984	$\bar{1}$,986	$\bar{1}$,988	$\bar{1}$,990	$\bar{1}$,992	$\bar{1}$,994	$\bar{1}$,996
0,30	$\bar{1}$,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
0,53	0,378	0,380	0,381	0,382	0,384	0,385	0,387	0,388	0,389	0,391
0,54	0,392	0,394	0,395	0,396	0,398	0,399	0,401	0,402	0,403	0,405
0,55	0,406	0,408	0,409	0,410	0,412	0,413	0,415	0,416	0,417	0,419
0,56	0,420	0,421	0,423	0,424	0,426	0,427	0,428	0,430	0,431	0,432
0,57	0,434	0,435	0,437	0,438	0,439	0,441	0,442	0,443	0,445	0,446
0,58	0,447	0,449	0,450	0,452	0,453	0,454	0,456	0,457	0,458	0,460
0,59	0,461	0,462	0,464	0,465	0,466	0,468	0,469	0,470	0,472	0,473

Продолжение таблицы А.1

$\Delta S/\gamma$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
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
0,72	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

Окончание таблицы А.1

$\Delta S/\gamma$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1,4	1,382	1,393	1,403	1,414	1,424	1,434	1,445	1,455	1,465	1,476
1,5	1,486	1,496	1,507	1,517	1,527	1,538	1,548	1,558	1,568	1,579
1,6	1,589	1,599	1,609	1,620	1,630	1,640	1,650	1,661	1,671	1,681
1,7	1,691	1,701	1,712	1,722	1,732	1,742	1,752	1,763	1,773	1,783
1,8	1,793	1,803	1,813	1,824	1,834	1,844	1,854	1,864	1,874	1,884
1,9	1,894	1,905	1,915	1,925	1,935	1,945	1,955	1,965	1,975	1,986

Библиография

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

УДК 669.231:543.06.006.354 МКС 77.120.99

Ключевые слова: палладий, палладий в слитках, палладий в порошке, методы (спектрографический и спектрометрический) атомно-эмиссионного анализа, примеси, дуга постоянного тока, дуга переменного тока, стандартные образцы состава, образцы для градуировки, правильность метода анализа, прецизионность метода анализа, абсолютная погрешность, предел повторяемости, предел промежуточной прецизионности, предел воспроизводимости, контроль точности результатов анализа

БЗ 6—2018/86

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 08.11.2018. Подписано в печать 03.12.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,86.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

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

gost.e-ecolog.ru