МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34415— 2018

ПАЛЛАДИЙ

Метод атомно-эмиссионного анализа с искровым 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 им. В.Н. Гулидова» (ОАО «Красцветмет»), Открытым акционерным обществом «Приокский завод цветных металлов» (ОАО ПЗЦМ), Федеральным казенным учреждением «Государственное учреждение 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 30 октября 2018 г. № 859-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34415—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2019 г.

5 Настоящий стандарт разработан на основе применения ГОСТ Р 54335—2011*

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 30 октября 2018 г. № 859-ст ГОСТ Р 54335—2011 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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПАЛЛАДИЙ

Метод атомно-эмиссионного анализа с искровым возбуждением спектра

Palladium. Method of spark atomic-emission analysis

Дата введения — 2019—03—01

1 Область применения

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

Настоящий стандарт устанавливает атомно-эмиссионный (с искровым возбуждением спектра) метод определения массовых долей примесей алюминия, бария, висмута, вольфрама, железа, золота, иттрия, иридия, кадмия, кальция, кобальта, кремния, магния, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, олова, осмия, платины, родия, рутения, свинца, серы, серебра, сурьмы, теллура, титана, фосфора, хрома, цинка и циркония в палладии.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.010—2013* 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 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10157—2016 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия**

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

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

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

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

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

Издание официальное

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 ИСО 5725-1 и ГОСТ 8.010.

4 Сущность метода

Метод анализа основан на испарении и возбуждении атомов пробы в искровом разряде, фотоэлектрической регистрации спектра, измерении интенсивности аналитических линий определяемых элементов-примесей и фона и последующем определении массовой доли этих примесей по градуировочным характеристикам. Метод позволяет определять массовую долю элементов-примесей в диапазонах, приведенных в таблице 1, с показателями точности метода анализа, указанными в таблице 2.

Таблица 1 — Диапазоны определения массовых долей элементов-примесей

В процентах

Определяемый элемент	Диапазон определения массовых долей	Определяемый элемент	Диапазон определения массовых долей
Алюминий	От 0,0004 до 0,060 включ.	Никель	От 0,0003 до 0,030 включ.
Барий	От 0,0005 до 0,010 включ.	Олово	От 0,0003 до 0,020 включ.
Висмут	От 0,0002 до 0,0050 включ.	Осмий	От 0,0005 до 0,010 включ.
Вольфрам	От 0,0005 до 0,0050 включ.	Платина	От 0,0010 до 0,10 включ.
Железо	От 0,0010 до 0,10 включ.	Родий	От 0,0010 до 0,10 включ.
Золото	От 0,0003 до 0,050 включ.	Рутений	От 0,0005 до 0,10 включ.
Иттрий	От 0,0005 до 0,0050 включ.	Свинец	От 0,0002 до 0,020 включ.
Иридий	От 0,0007 до 0,10 включ.	Сера	От 0,0003 до 0,050 включ.
Кадмий	От 0,0001 до 0,010 включ.	Серебро	От 0,0004 до 0,030 включ.
Кальций	От 0,0004 до 0,020 включ.	Сурьма	От 0,0004 до 0,010 включ.
Кобальт	От 0,0003 до 0,010 включ.	Теллур	От 0,0005 до 0,010 включ.
Кремний	От 0,0004 до 0,040 включ.	Титан	От 0,0003 до 0,0050 включ.
Магний	От 0,0003 до 0,030 включ.	Фосфор	От 0,0006 до 0,050 включ.
Марганец	От 0,0001 до 0,010 включ.	Хром	От 0,0003 до 0,025 включ.
Медь	От 0,0002 до 0,030 включ.	Цинк	От 0,0004 до 0,010 включ.
Молибден	От 0,0005 до 0,0050 включ.	Цирконий	От 0,0005 до 0,060 включ.
Мышьяк	От 0,0010 до 0,010 включ.	—	—

5 Точность (правильность и прецизионность) метода

5.1 Показатели точности метода

Показатели точности метода по ГОСТ ISO 5725-2 и ГОСТ ISO 5725-3: границы интервала, в котором с вероятностью $P = 0,95$ находится абсолютная погрешность результатов анализа (приписанная погрешность) Δ, стандартные отклонения повторяемости S_r и промежуточной прецизионности $S_{I(TO)}$, значения критического диапазона $CR_{0,95}(4)$, предела промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$ и предела

воспроизводимости R, в зависимости от массовой доли определяемого элемента-примеси приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Показатели точности метода при $P = 0,95$

В процентах

Уровень массовых долей определяемых элементов	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
0,0002	0,0001	0,00006	0,0002	0,00007	0,0002	0,0002
0,0003	0,0002	0,00008	0,0003	0,00010	0,0003	0,0004
0,0005	0,0004	0,0001	0,0005	0,0002	0,0005	0,0006
0,0008	0,0006	0,0002	0,0007	0,0003	0,0007	0,0008
0,0010	0,0009	0,0003	0,0009	0,0004	0,0010	0,0012
0,0020	0,0018	0,0005	0,0018	0,0008	0,0021	0,0025
0,0030	0,0022	0,0007	0,0024	0,0009	0,0024	0,0029
0,0050	0,0040	0,0012	0,0040	0,0016	0,0040	0,0050
0,010	0,007	0,002	0,007	0,003	0,007	0,008
0,020	0,010	0,003	0,010	0,004	0,011	0,013
0,030	0,013	0,004	0,016	0,008	0,023	0,028
0,050	0,019	0,006	0,021	0,009	0,025	0,030
0,10	0,03	0,007	0,03	0,012	0,03	0,04

5.2 Правильность

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

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

5.3 Прецизионность

5.3.1 Диапазон ($X_{max} - X_{min}$) четырех результатов определений, полученных для одной и той же пробы одним оператором с использованием одного и того же оборудования в пределах кратчайшего из возможных интервалов времени, может превышать указанный в таблице 2 критический диапазон $CR_{0,95}(4)$ для $n = 4$ в среднем не более одного раза в 20 случаях.

5.3.2 В пределах одной лаборатории два результата анализа одной и той же пробы, полученные в соответствии с разделами 7—10, разными операторами с использованием одного и того же оборудования в разные дни, могут различаться с превышением указанного в таблице 2 предела промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$ в среднем не более одного раза в 20 случаях.

5.3.3 Результаты анализа одной и той же пробы, полученные двумя лабораториями в соответствии с разделами 7—10, могут различаться с превышением предела воспроизводимости R, указанного в таблице 2, в среднем не более одного раза в 20 случаях.

Для промежуточных значений массовых долей элементов-примесей значения показателей точности находят методом линейной интерполяции по следующей формуле:

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

где A_X — значение показателя 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 Требования

6.1 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 сплавов.

6.2 Требования к квалификации исполнителей

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

7 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

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

- спектрометр оптический эмиссионный с искровым источником возбуждения спектра и рабочим диапазоном длин волн 120—700 нм, оснащенный компьютером и соответствующим программным обеспечением;
- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,01 г;
- пресс и пресс-форма;
- станок фрезерный;
- аргон газообразный по ГОСТ 10157;
- вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- кислота соляная ос. ч по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1;
- спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300;
- стаканы стеклянные вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336;
- образцы стандартные (СО) состава палладия (комплект Пд-36) ГСО 7615—99 или другие СО, не уступающие по составу элементов-примесей и точности;
- ткань хлопчатобумажная по ГОСТ 29298.

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

8 Отбор и подготовка проб

8.1 Отбор проб для анализа проводят в соответствии с ГОСТ 31291. Требования к размерам и массе проб определяют в зависимости от используемого спектрометра.

8.2 Пробы палладия могут поступать на анализ в виде слитков, стержней, пластин, ленты, стружки и порошка.

8.3 Пробы в виде ленты, стружки и пластин кипятят в растворе соляной кислоты 1:1, в течение 3—5 мин для удаления поверхностных загрязнений. Полученный раствор сливают, пробы промывают четыре-пять раз дистиллированной водой декантацией и высушивают на воздухе.

Пробы порошка кислотой не обрабатывают.

8.4 Поверхность стержней и пластин должна быть плоской и обработанной резанием или шлифовкой, поверхность ленты должна быть гладкой и без отслоений. Пробы в виде монолитного образца (слитка), имеющего не менее чем одну плоскую поверхность, обрабатывают на фрезерном станке. На обработанной поверхности в месте обыскривания не должно быть раковин, царапин, трещин и шлаковых включений.

Непосредственно перед проведением анализа допускается пробы и СО протирать тканью, смоченной спиртом.

8.5 От пробы в виде стружки или порошка отбирают навеску массой от 20 до 25 г и прессуют усилием от 300 до 500 кН в таблетку диаметром 40 мм. Допускается использовать другую массу пробы при условии, что полученная таблетка обладает достаточной толщиной, исключающей рассыпание таблетки и прогорание при обыскривании. Диаметр полученной таблетки должен быть достаточен для получения четырех мест обыскривания без их взаимных наложений.

9 Подготовка оборудования к проведению измерений

Спектрометр подготавливают к работе согласно эксплуатационным документам.

Рекомендуемый режим работы спектрометра:

- частота разрядов, Гц 300;
- емкость, мкФ 2—5;
- индуктивность, мкГн 130;
- продувка аргоном, с 3.

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

Таблица 3 — Длины волн аналитических линий

В нанометрах

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии
Алюминий	396,153	Никель	361,939
Барий	455,404	Олово	175,790
Висмут	306,772	Осмий	581,812; 290,906
Вольфрам	400,875; 239,709	Платина	531,890; 265,945
Железо	259,940; 371,994	Родий	343,489
Золото	267,595	Рутений	349,894
Иттрий	371,290	Свинец	283,307; 405,782
Иридий	351,365; 313,33	Сера	180,731
Кадмий	228,802	Серебро	338,289
Кальций	422,673; 393,366	Сурьма	206,838
Кобальт	345,351	Теллур	185,720; 214,275
Кремний	288,160	Титан	498,173; 368,519
Магний	285,213	Фосфор	178,287
Марганец	403,499; 257,610	Хром	425,435
Медь	324,754	Цинк	213,856; 334,502; 206,191
Молибден	386,411; 379,825	Цирконий	343,823
Мышьяк	189,042; 234,984	Палладий внутренний стандарт	292,249; 245,729
Примечание — Допускается использование других режимов работы и аналитических линий при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 2.			

10 Проведение измерений

Для получения градуировочной зависимости последовательно закрепляют в ячейке искрового разряда СО состава палладия и по заложенной программе проводят измерение интенсивности аналитических линий определяемых элементов и фона. Для градуировки выбирают три СО состава палладия и более таким образом, чтобы содержание каждого определяемого элемента-примеси в анализируемой пробе находилось внутри диапазона между наибольшим и наименьшим значениями массовых долей этого элемента в СО. Для каждого СО выполняют измерения в четырех различных точках поверхности.

Градуировочные зависимости получают в координатах: среднее значение интенсивности аналитических линий определяемых элементов (с учетом фона) для четырех точек поверхности СО — массовая доля определяемого элемента в СО, и сохраняют в файле данных градуировки.

Сохраненные градуировочные зависимости используют для последующих анализов проб при условии получения показателей точности, не уступающих приведенным в таблице 2.

Измеряют интенсивности аналитических линий определяемых элементов и фона в четырех точках поверхности анализируемой пробы. По заложенной в спектрометре программе с использованием градуировочных зависимостей получают четыре результата параллельных определений в анализируемой пробе.

11 Оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа

Приемлемость результатов параллельных определений оценивают в соответствии с ГОСТ ISO 5725-6 путем сопоставления диапазона этих результатов ($X_{max} - X_{min}$) с критическим диапазоном $CR_{0,95}(4)$. Критический диапазон $CR_{0,95}(n)$ рассчитывают по формуле

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

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

n — число параллельных определений;

S_r — стандартное отклонение повторяемости.

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

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

n	$f(n)$
4	3,6
8	4,3

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.

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

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. При этом наименьшие разряды числовых значений результатов определений и числовые значения показателей точности должны быть одинаковыми.

12 Контроль точности результатов анализа

12.1 Контроль промежуточной прецизионности и воспроизводимости

При контроле промежуточной прецизионности (с учетом влияющих факторов времени, оператора) абсолютное расхождение двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных разными

операторами с использованием одного и того же оборудования в разные дни, не должно превышать предел промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$, указанный в таблице 2.

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 таблице 2.

12.2 Контроль правильности

Контроль правильности проводят путем анализа СО состава палладия. СО, применяемые для контроля правильности, не должны использовать 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

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

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 таблице 2), %.

УДК 669.231:543.06.006.354 МКС 39.060

Ключевые слова: палладий, палладий в слитках, палладий в порошке, методы анализа, примеси, атомно-эмиссионный метод анализа, искровое возбуждение спектра, искровой разряд, стандартные образцы состава палладия, правильность метода анализа, прецизионность метода анализа, абсолютная погрешность, предел повторяемости, предел промежуточной прецизионности, предел воспроизводимости, контроль точности результатов анализа

БЗ 6—2018/88

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 30.10.2018. Подписано в печать 13.11.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,24.
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