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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 9717.3— 2018

МЕДЬ

Метод спектрального анализа по оксидным стандартным образцам

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 Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 503 «Медь»

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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 2 октября 2018 г. № 670-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9717.3—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2019 г. .

5 ВЗАМЕН ГОСТ 9717.3–82

*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

© 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 Характеристики показателей точности измерений 3
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы 5
5 Метод измерений 6
6 Подготовка к выполнению измерений 6
7 Выполнение измерений 7
8 Обработка результатов измерений 12
Приложение А (рекомендуемое) Приготовление аттестованных смесей 13
Приложение Б (обязательное) Таблица значений $\lg(I_л/I_ф)$ соответствующих измеренным значениям $\Delta S/\gamma$ 16
Библиография 21

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МЕДЬ

Метод спектрального анализа по оксидным стандартным образцам

Copper. Method of spectral analysis by oxide standard specimens

Дата введения — 2019—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на медь и устанавливает определение массовых долей примесей в диапазонах, представленных в таблице 1, методом спектрального анализа по оксидным стандартным образцам.

Общие требования к методу измерений, требования безопасности при выполнении измерений, контроль точности измерений — по ГОСТ 25086, ГОСТ 31382, отбор проб для измерений — по ГОСТ 193, ГОСТ 546, ГОСТ 4960 и другим нормативным документам на конкретную продукцию.

Таблица 1 — Диапазон измерений массовых долей компонентов

В процентах

Компонент	Диапазон массовой доли компонента	Компонент	Диапазон массовой доли компонента
Мышьяк	От 0,00020 до 0,070 включ.	Хром	От 0,0010 до 0,100 включ.
Сурьма	От 0,0003 до 0,100 включ.	Кремний	От 0,0005 до 0,0070 включ.
Свинец	От 0,00010 до 0,100 включ.	Железо	От 0,00050 до 0,080 включ.
Олово	От 0,00010 до 0,100 включ.	Серебро	От 0,00050 до 0,0050 включ.
Висмут	От 0,00005 до 0,0100 включ.	Фосфор	От 0,0010 до 0,100 включ.
Цинк	От 0,00030 до 0,0100 включ.	Кадмий	От 0,000030 до 0,0010 включ.
Магний	От 0,00020 до 0,0070 включ.	Кобальт	От 0,000030 до 0,0010 включ.
Марганец	От 0,000050 до 0,0100 включ.	Селен	От 0,00003 до 0,0010 включ.
Никель	От 0,00020 до 0,060 включ.	Теллур	От 0,00003 до 0,0010 включ.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 123—2008 Кобальт. Технические условия

ГОСТ 193—2015 Слитки медные. Технические условия

ГОСТ 334—73 Бумага масштабно-координатная. Технические условия

ГОСТ 546—2001 Катоды медные. Технические условия

ГОСТ 804—93 Магний первичный в чушках. Технические условия

ГОСТ 849—2008 Никель первичный. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 859—2014 Медь. Марки

ГОСТ 860—75 Олово. Технические условия

ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1467—93 Кадмий. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 4236—77 Реактивы. Свинец (II) азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4960—2017 Порошок медный электролитический. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 5583—78 (ИСО 2046—73) Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

ГОСТ 5817—77 Реактивы. Кислота винная. Технические условия

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

ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

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

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 8655—75 Фосфор красный технический. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9849—86 Порошок железный. Технические условия

ГОСТ 10298—79 Селен технический. Технические условия

ГОСТ 10928—90 Висмут. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 17022—81 Графит. Типы, марки и общие технические требования

ГОСТ 17614—80 Теллур технический. Технические условия

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 21241—89 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 22180—76 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 22861—93 Свинец высокой чистоты. Технические условия

ГОСТ 24104—2001[1)] Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25086—2011 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

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 31382—2009 Медь. Методы анализа

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

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.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

3 Характеристики показателей точности измерений

Точность измерений массовой доли компонентов соответствует характеристикам, приведенным в таблице 2 (при доверительной вероятности $P = 0,95$).

Значения показателя точности измерений пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли компонентов при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений массовой доли компонента	Показатель точности ± Δ	Предел (абсолютное значение)	
			повторяемости $r\ (n = 2)$	воспроизводимости R
Мышьяк	От 0,00020 до 0,00030 включ.	0,00004	0,00004	0,00006
	Св. 0,00030 » 0,00100 »	0,00012	0,00013	0,00018
	» 0,0010 » 0,0030 »	0,0004	0,0004	0,0006
	» 0,0030 » 0,0100 »	0,0008	0,0008	0,0012
	» 0,010 » 0,030 »	0,003	0,003	0,004
	» 0,030 » 0,070 »	0,008	0,008	0,011
Сурьма	От 0,0003 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0002	0,0002
	Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0005	0,0005	0,0007
	» 0,0030 » 0,0100 »	0,0012	0,0013	0,0018
	» 0,010 » 0,030 »	0,004	0,004	0,006
	» 0,030 » 0,100 »	0,012	0,013	0,018
Свинец	От 0,00010 до 0,00030 включ.	0,00003	0,00003	0,00004
	Св. 0,00030 » 0,00100 »	0,00008	0,00008	0,00012
	» 0,0010 » 0,0030 »	0,0003	0,0003	0,0004
	» 0,0030 » 0,0100 »	0,0007	0,0007	0,0010
	» 0,010 » 0,030 »	0,002	0,002	0,003
	» 0,030 » 0,100 »	0,007	0,007	0,010
Олово	От 0,00010 до 0,00030 включ.	0,00004	0,00004	0,00006
	Св. 0,00030 » 0,00100 »	0,00011	0,00011	0,00016
	» 0,0010 » 0,0030 »	0,0004	0,0004	0,0005
	» 0,0030 » 0,0100 »	0,0008	0,0008	0,0012
	» 0,010 » 0,030 »	0,003	0,003	0,004
	» 0,030 » 0,100 »	0,008	0,008	0,012
Висмут	От 0,00005 до 0,00010 включ.	0,00002	0,00002	0,00003
	Св. 0,00010 » 0,00030 »	0,00006	0,00006	0,00008
	» 0,0003 » 0,0010 »	0,0001	0,0001	0,0002
	» 0,0010 » 0,0030 »	0,0004	0,0004	0,0006
	» 0,0030 » 0,0100 »	0,0010	0,0010	0,0014

Продолжение таблицы 2

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений массовой доли компонента	Показатель точности ± Δ	Предел (абсолютное значение)	
			повторяемости $r\ (n = 2)$	воспроизводимости R
Цинк	От 0,00030 до 0,00100 включ.	0,00016	0,00017	0,00024
	Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0005	0,0005	0,0007
	» 0,0030 » 0,0100 »	0,0015	0,0015	0,0022
Магний	От 0,00020 до 0,00030 включ.	0,00006	0,00006	0,00008
	Св.0,00030 » 0,00100 »	0,00012	0,00013	0,00018
	» 0,0010 » 0,0030 »	0,0004	0,0004	0,0006
	» 0,0030 » 0,0070 »	0,0010	0,0010	0,0014
Марганец	От 0,000050 до 0,000100 включ	0,000017	0,000017	0,000024
	Св. 0,00010 » 0,00030 »	0,00004	0,00004	0,00006
	» 0,00030 » 0,00100 »	0,00017	0,00017	0,00023
	» 0,0010 » 0,0030 »	0,0003	0,0003	0,0005
	» 0,0030 » 0,0100 »	0,0008	0,0008	0,0011
Никель	От 0,00020 до 0,00030 включ.	0,00007	0,00007	0,00010
	Св. 0,00030 » 0,00100 »	0,00016	0,00017	0,00024
	» 0,0010 » 0,0030 »	0,0005	0,0005	0,0007
	» 0,0030 » 0,0100 »	0,0008	0,0008	0,0012
	» 0,010 » 0,030 »	0,003	0,003	0,004
	» 0,030 » 0,060 »	0,008	0,008	0,012
Хром	От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0005	0,0005	0,0007
	Св. 0,0030 » 0,0100 »	0,0012	0,0013	0,0018
	» 0,010 » 0,030 »	0,004	0,004	0,006
	» 0,030 » 0,100 »	0,010	0,010	0,014
Кремний	От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0002	0,0003
	Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0007	0,0007	0,0010
	» 0,0030 » 0,0070 »	0,0017	0,0017	0,0024
Железо	От 0,00050 до 0,00100 включ.	0,00016	0,00017	0,00024
	Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0005	0,0005	0,0007
	» 0,0030 » 0,0100 »	0,0012	0,0013	0,0018
	» 0,010 » 0,030 »	0,004	0,004	0,006
	» 0,030 » 0,080 »	0,012	0,013	0,018
Серебро	От 0,00050 до 0,00100 включ.	0,00012	0,00013	0,00018
	Св.0,0010 » 0,0030 »	0,0004	0,0004	0,0006
	» 0,0030 » 0,0050 »	0,0010	0,0010	0,0014

Окончание таблицы 2

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений массовой доли компонента	Показатель точности ± Δ	Предел (абсолютное значение)	
			повторяемости r (n = 2)	воспроизводимости R
Фосфор	От 0,0010 » 0,0030 »	0,0005	0,0005	0,0007
	Св. 0,0030 » 0,0100 »	0,0012	0,0013	0,0018
	» 0,010 » 0,030 »	0,003	0,003	0,005
	» 0,030 » 0,100 »	0,010	0,010	0,014
Кадмий	От 0,000030 до 0,000100 включ.	0,000017	0,000017	0,0000024
	Св. 0,00010 » 0,00030 »	0,00004	0,00004	0,00006
	» 0,0003 » 0,0010 »	0,0001	0,0001	0,0005
Кобальт	От 0,00003 0 до 0,000100 включ.	0,000017	0,000017	0,000024
	Св.0,00010 » 0,00030 »	0,00004	0,00004	0,00006
	» 0,0003 » 0,0010 »	0,0001	0,0001	0,0002
Селен	От 0,00003 до 0,00010 включ.	0,00002	0,00002	0,00003
	Св.0,00010 » 0,00030 »	0,00006	0,00006	0,00008
	» 0,0003 » 0,0010 »	0,0001	0,0001	0,0002
Теллур	От 0,00003 до 0,00010 включ.	0,00002	0,00002	0,00003
	Св.0,00010 » 0,00030 »	0,00006	0,00006	0,00008
	» 0,0003 » 0,0010 »	0,0001	0,0001	0,0002

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

4.1 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- установку спектральную, состоящую:

1) из спектрографа с кварцевой оптикой или дифракционного средней или большей дисперсии. Допускается использование спектральной аппаратуры с фотоэлектрической регистрацией спектра,

2) из источника постоянного тока для питания дуги, обеспечивающего напряжение от 200 до 400 В и силу тока не более 10 А;

- микроденситометр, предназначенный для измерения оптической плотности (почернения) спектральных линий;
- пресс масляный, гидравлический или другой, обеспечивающий получение прочных прессованных таблеток из оксидов или металлической стружки, диаметром от 6 до 7 мм и массой (0,50 ± 0,05) г;
- пресс-форма для таблеток диаметром от 6 до 7 мм;
- печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не выше 800 °С;
- плиту нагревательную, обеспечивающую температуру нагрева не менее 350 °С, или платформу нагревательную;
- чашки фарфоровые по ГОСТ 9147;
- чашки платиновые по ГОСТ 6563;
- чашки кварцевые по ГОСТ 19908;
- электроды-подставки графитовые ос. ч, тип — кристаллический, марки ЭУЗ-М или ЭУЗ-П по ГОСТ 17022, диаметром от 6 до 10 мм;
- электроды из меди марки М00 или других марок по ГОСТ 859 с массовой долей меди не менее 99,97 % в виде прутков диаметром от 6 до 7 мм, заточенные на полусферу или усеченный конус с площадкой диаметром от 1,5 до 1,7 мм;

- электроды графитовые ос. ч[1)] в виде прутков диаметром от 6 до 7 мм, заточенные на полусферу или усеченный конус с площадкой диаметром от 1,5 до 1,7 мм;
- приспособление для заточки медных или угольных электродов;
- ступку агатовую или из органического стекла. Допускается использование фарфоровых ступок по ГОСТ 9147;
- кислородная камера для окисления СО и проб;
- весы специального класса точности по ГОСТ 24104 или по ГОСТ OIML R 76-1 с дискретностью не более 0,0003 г;
- образцы сравнения состава меди или оксида меди (стандартные образцы состава меди или оксидов меди (СО) и аттестованные смеси состава оксида меди);
- баллон с кислородом по ГОСТ 5583, снабженный редуктором;
- магнит типа МВМ-63;
- пинцеты по ГОСТ 21241.

4.2 При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- фотопластинки фотографические спектрографические[2)];
- проявитель контрастный и фиксаж для фотопластинок;
- вату медицинскую по ГОСТ 5556;
- спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962;
- бумагу масштабно-координатную по ГОСТ 334;
- ткань хлопчатобумажную по ГОСТ 29298;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461, разбавленную в соотношении 1:10, 1:1.

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в настоящем стандарте.

5 Метод измерений

Метод основан на возбуждении атомов компонентов материала пробы дуговым разрядом постоянного тока, разложении излучения в спектр, измерении аналитических сигналов, пропорциональных интенсивности или логарифму интенсивности спектральных линий, и последующем определении массовых долей компонентов с помощью градуировочных характеристик. Пробы или СО подвергают предварительному окислению расплавлением на катоде дуги постоянного тока в атмосфере кислорода. Допускается перевод проб в оксиды растворением в азотной кислоте, упариванием и прокаливанием.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Подготовка прибора к выполнению измерений

Подготовку спектральной установки к выполнению измерений проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

6.2 Подготовка к выполнению анализа

6.2.1 Пробы и образцы сравнения в виде таблеток массой (0,50 ± 0,05) г диаметром 6 мм и высотой 2 мм изготовляют на любом металлорежущем оборудовании или вручную из любых кусков произвольной формы.

Пробы и образцы сравнения необходимой массы могут быть отрезаны (отпилены) от стержней или спрессованы из стружки. Стружку предварительно отмагничивают. После чего стружку и образцы сравнения в виде таблеток очищают травлением в азотной кислоте, разбавленной в соотношении 1:10.

[1)] В Российской Федерации по [1].

[2)] В Российской Федерации по [2].

Стружку и таблетки образцов сравнения промывают в воде, спирте и сушат. При прессовании таблеток из стружки матрицу и пуансон пресс-формы тщательно очищают от остатков ранее прессованной пробы (промывают водой и протирают спиртом). Приготовляют не менее двух таблеток проб и образцов сравнения каждого состава.

6.2.2 Проведение окисления проб и образцов сравнения

6.2.2.1 Детали кислородной камеры и графитовые подставки для проб и образцов сравнения очищают от оксидов меди. Поворотный столик укрепляют в нижнем электродержателе камеры. Во избежание взаимного загрязнения образцов на графитовые подставки поворотного столика помещают таблетки одного состава.

6.2.2.2 В верхнем держателе укрепляют подставной электрод из меди или угля диаметром от 6 до 7 мм, рабочий конец которого заточен на усеченный конус с углом при вершине 45° и площадкой диаметром от 1,5 до 1,7 мм. Межэлектродный промежуток устанавливают от 1,5 до 2 мм. Таблетка служит катодом дуги постоянного тока, силу тока устанавливают 6 А. Воздух из камеры вытесняют, пропуская сжатый кислород через камеру в течение 30 с. При окислении таблеток давление кислорода в камере поддерживают несколько выше атмосферного. Таблетка под действием дуги в течение от 20 до 30 с расплавляется и превращается в каплю расплавленных оксидов. Ток выключают и подводят к подставному электроду следующую таблетку.

6.2.3 Для перевода проб в оксиды растворением в азотной кислоте от пробы отбирают две навески массой от 5 до 10 г. Навески помещают в чашки (платиновые, фарфоровые или кварцевые), приливают азотную кислоту, разбавленную в соотношении 1:1 (из расчета 10 $см^3$ на 1 г меди), растворяют при нагревании и выпаривают до сухих солей. Затем чашки помещают в муфельную печь и прокаливают при температуре (400 ± 50) °С в течение 30 мин до прекращения выделения оксидов азота. Полученный порошок растирают в ступке. Ступку и пестик предварительно протирают спиртом. Для проведения анализа оксидных образцов порошком наполняют кратеры угольных электродов или прессуют в таблетки (не менее двух). Масса навески пробы и СО должна быть одинаковой и составлять от (0,30 ± 0,05) до (0,60 ± 0,05) г.

6.2.4 Приготовление аттестованных смесей приведено в приложении А.

7 Выполнение измерений

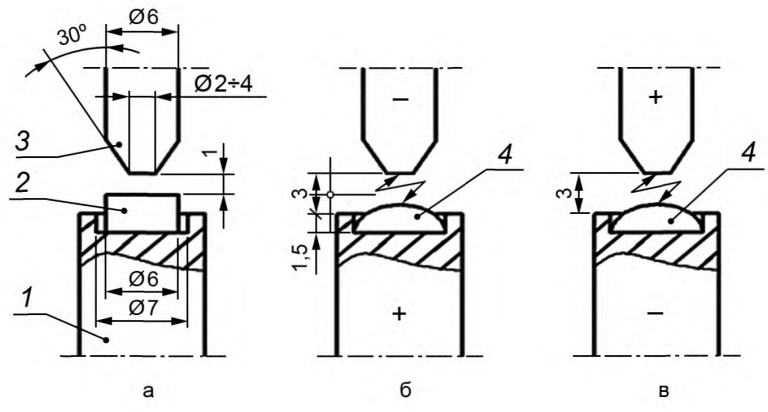
7.1 Регистрация спектров

7.1.1 Для получения градуировочных характеристик используют образцы сравнения состава оксида меди. Спектры каждого образца сравнения и анализируемой пробы фотографируют в одинаковых условиях. Одновременно проводят холостой опыт. Для холостого опыта и каждого образца сравнения получают две, а для анализируемой пробы — четыре спектрограммы (по две спектрограммы для каждого параллельного определения).

Торцевую часть электродов для удаления поверхностных загрязнений прокаливают в дуге постоянного тока в течение 20 с при силе тока от 6 до 10 А, включая электрод-подставку в качестве анода дуги. Подготовленные к анализу пробы и образцы сравнения помещают на прокаленные графитовые подставки.

В качестве подставного электрода применяют угли марки ос. ч или медные стержни.

Форма и размер электродов и их расположение во время экспозиции приведены на рисунке 1.



а — расположение электродов до экспонирования; *б* — съемка в анодном режиме; *в* — съемка в катодном режиме
1 — нижний электрод; *2* — проба (образец); *3* — верхний электрод; *4* — расплав

Рисунок 1

7.1.2 Для определения массовой доли мышьяка, сурьмы, свинца, олова, висмута, цинка и фосфора, кадмия, селена и теллура графитовую подставку с помещенной на нее пробой или образца сравнения используют в качестве анода дуги. При включении тока до расплавления образца дуга загорается между подставным электродом и подставкой и после расплавления анодное пятно дуги переходит на образовавшийся расплав окислов. Этот переход ускоряют тем, что после нескольких секунд горения дуги выключают ток и повторно его включают, пока расплав еще не успел остыть. Начало экспозиции считают после перехода анодного пятна дуги на образец. В течение всего времени экспозиции необходимо корректировать первоначально установленный дуговой промежуток по увеличенному изображению дуги на экране средней линзы осветительной системы или с помощью специальной короткофокусной проекционной линзы.

Условия съемки спектрограммы: ширина щели спектрографа от 0,010 до 0,015 мм; освещение щели с помощью трехлинзового конденсора; дуговой промежуток — 3 мм; сила тока от 6 до 8 А; время экспозиции от 20 до 40 с. При использовании спектральной аппаратуры с фотоэлектрической регистрацией спектра, например МФС-8, регистрацию спектров проводят при ширине входной щели 0,035 мм, освещении растровым конденсором, разрядном промежутке 3,0 мм, силе тока дуги переменного или постоянного тока от 6 до 10 А, времени экспозиции от 20 до 40 с.

7.1.3 Для определения массовой доли кобальта, магния, марганца, никеля, кремния и железа образующиеся корольки (7.1.2) помещают на свежезаточенные графитовые подставки и проводят обжиг в течение от 10 до 15 с, используя графитовую подставку в качестве катода.

Допускается проводить второй этап, не снимая королек с подставки по окончании первого этапа, изменив полярность электрода с пробой и силу тока дуги. При использовании спектральной аппаратуры с фотоэлектрической регистрацией спектра, например МФС-8, регистрацию спектров проводят при разрядном промежутке 3,0 мм с применением дуги постоянного или переменного тока силой от 5 до 8 А на первом этапе и от 8 до 10 А на втором этапе, время экспозиции от 30 до 60 с в абсолютном или относительном режимах.

Начало экспозиции отсчитывают после перехода катодного пятна дуги на расплавленную часть королька.

Условия съемки спектрограммы: ширина щели спектрографа от 0,010 до 0,015 мм; освещение щели с помощью трехлинзового конденсора; дуговой промежуток — 3 мм; сила тока от 6 до 8 А; время экспозиции от 30 до 40 с.

7.1.4 Для определения массовой доли серебра графитовую подставку с помещенной на нее пробой или образцом сравнения, подготовленными к анализу согласно 6.2, включают в качестве катода дуги. Пробу или образец сравнения предварительно обжигают в течение 1 мин при силе тока от 5 до 6 А. Начало обжига отсчитывают после перехода катодного пятна дуги на расплавленную часть король-

ка. Затем, не выключая дуги, снижают ток до значений от 1 до 2 А, открывают затвор спектрографа и фотографируют спектр образца в течение промежутка времени от 20 до 30 с.

Условия съемки спектрограммы: ширина щели спектрографа от 0,010 до 0,015 мм, освещение щели с помощью трехлинзового конденсора, дуговой промежуток — 3 мм.

7.1.5 Когда условия съемки спектров отличаются от рекомендуемых (например, щель освещена с помощью однолинзового конденсора, применяют иную силу тока, пластинки другой чувствительности и др.), следует предварительно подобрать условия с целью выбора оптимального интервала оптических плотностей линий.

Время экспозиции подбирают в зависимости от чувствительности используемых фотопластинок, обеспечивая нормальную оптическую плотность фона непрерывного спектра; в противном случае требуется построение характеристической кривой. Увеличение плотности фона за счет вуали, засвечивания и т. п. не допускается.

7.1.6 Фотопластинки проявляют в зависимости от их типа в соответствующем проявителе. После промывки пластинок в проточной воде их фиксируют в фиксажном растворе, промывают в проточной воде и высушивают.

7.2 Массовую долю компонентов устанавливают по градуировочным графикам

7.3 Проведение измерений

В спектрах проб и образцов сравнения измеряют интенсивность аналитических линий и линий сравнения или фона.

Длина волн аналитических линий и линий сравнения, а также диапазоны массовых долей компонентов для спектрографа ИСП-3 приведены в таблице 3, для дифракционного спектрографа типа СТЭ-1 — в таблице 4. Для фотоэлектрической установки МФС — в таблице 5.

Таблица 3

Определяемый компонент	Длина волны аналитической линии, нм	Место измерения фона	Диапазон массовых долей, %
Проба служит анодом дуги			
Мышьяк	234,984	Фон 1	От 0,0002 до 0,006 включ.
Мышьяк	286,045	Фон 2	От 0,006 до 0,07 включ.
Сурьма	259,806	Фон 3	От 0,0005 до 0,006 включ.
Сурьма	287,792	Фон 4	От 0,006 до 0,06 включ.
Свинец	283,307	Фон 5	От 0,0003 до 0,001 включ.
Свинец	287,332	Фон 6	От 0,001 до 0,06 включ.
Олово	283,999	Фон 7	От 0,0003 до 0,005 включ.
Олово	285,062	Фон 8	От 0,005 до 0,07 включ.
Висмут	306,772	Фон 2	От 0,0001 до 0,001 включ.
Висмут	289,797	Фон 9	От 0,001 до 0,01 включ.
Цинк	334,502	Фон 2	От 0,0005 до 0,01включ.
Фосфор	253,565	Фон 8	От 0,002 до 0,01 включ.
Фосфор	253,401	Фон 8	От 0,01 до 0,06 включ.
Проба служит катодом дуги			
Мышьяк	234,984	Фон 1	От 0,006 до 0,07 включ.
Сурьма	259,806	Фон 3	От 0,006 до 0,06 включ.
Олово	270,651	Фон 2	От 0,003 до 0,07 включ.

Окончание таблицы 3

Определяемый компонент	Длина волны аналитической линии, нм	Место измерения фона	Диапазон массовых долей, %
Магний	277,983	Фон 8	От 0,0004 до 0,007 включ.
Марганец	279,482	Фон 8	От 0,00005 до 0,002 включ
Магний	279,553	Фон 2	От 0,0002 до 0,0005 включ.
Никель	282,129	Фон 8	От 0,010 до 0,06 включ.
Хром	283,563	Фон 8	От 0,002 до 0,05 включ.
Свинец	287,332	Фон 6	От 0,005 до 0,06 включ.
Кремний	288,158	Фон 8	От 0,001 до 0,007 включ.
Железо	294,787	Фон 2	От 0,006 до 0,08 включ.
Марганец	294,920	Фон 8	От 0,002 до 0,01 включ.
Железо	296,690	Фон 8	От 0,001 до 0,02 включ.
Никель	305,082	Фон 2	От 0,0005 до 0,005 включ.

Примечания

1 Фон 1 — оптическая плотность слабой молекулярной линии 235,08 нм, которую при расчетах принимают за оптическую плотность фона.

2 Фон 2 — минимальное значение оптической плотности фона, измеряемой рядом с линией со стороны более длинных волн.

3 Фон 3 — фон 259,715 нм. Максимум на расстоянии 0,09 мм от линии сурьмы 259,806 нм в сторону коротких волн.

4 Фон 4 — минимальное значение оптической плотности фона к линии меди 287,71 нм со стороны более коротких волн.

5 Фон 5 — максимальное значение оптической плотности фона, измеряемое на расстоянии 0,13 мм от линии свинца 283,307 нм в сторону длинных волн.

6 Фон 6 — означает минимальное значение оптической плотности фона, измеряемое между линиями меди 288,29 и 288,53 нм.

7 Фон 7 — оптическая плотность слабой линии 283,8 нм, которую при расчетах принимают за оптическую плотность фона.

8 Фон 8 — минимальное значение оптической плотности фона, измерямое рядом с линией со стороны более коротких волн.

9 Фон 9 — 289,60 нм. Второй неявно выраженный максимум в сторону коротких волн от линии висмута 289,797 нм.

Таблица 4

Определяемый компонент	Длина волны аналитической линии, нм	Место измерения фона	Массовая доля, %
Проба служит анодом дуги			
Сурьма	259,806	Фон 1	От 0,0003 до 0,002 включ.
Сурьма	287,792	Фон 1	От 0,002 до 0,06 включ.
Мышьяк	286,045	Фон 1	От 0,0005 до 0,01 включ.
Свинец	283,307	Фон 2	От 0,0001 до 0,001 включ.
Свинец	287,332	Фон 1	От 0,0005 до 0,005 включ.
Свинец	261,365	Фон 1	От 0,005 до 0,06 включ.

Окончание таблицы 4

Определяемый компонент	Длина волны аналитической линии, нм	Место измерения фона	Массовая доля, %
Олово	286,333	Фон 1	От 0,0001 до 0,005 включ.
Олово	281,358	Фон 1	От 0,005 до 0,07 включ.
Висмут	306,772	Фон 1	От 0,00005 до 0,0005 включ.
Висмут	289,797	Фон 1	От 0,0005 до 0,002 включ.
Висмут	299,334	Фон 1	От 0,002 до 0,01 включ.
Мышьяк	289,871	Фон 2	От 0,01 до 0,07 включ.
Цинк	334,502	Фон 1	От 0,0003 до 0,01 включ.
Фосфор	253,565	Фон 1	От 0,001 до 0,01 включ.
Фосфор	253,401	Фон 1	От 0,01 до 0,06 включ.
Проба служит катодом дуги			
Хром	301,304	Фон 1	От 0,005 до 0,05 включ.
Хром	300,506	Фон 1	От 0,001 до 0,005 включ.
Марганец	279,482	Фон 1	От 0,00005 до 0,001 включ.
Марганец	294,920	Фон 1	От 0,001 до 0,01 включ.
Железо	294,134	Фон 1	От 0,01 до 0,08 включ.
Железо	296,690	Фон 2	От 0,0005 до 0,01 включ.
Кремний	251,612	Фон 1	От 0,0005 до 0,007 включ.
Магний	277,983	Фон 1	От 0,0002 до 0,007 включ.
Никель	305,082	Фон 1	От 0,0002 до 0,001 включ.
Никель	305,432	Фон 2	От 0,001 до 0,01 включ.
Никель	282,129	Фон 1	От 0,001 до 0,06 включ.
Серебро	338,289	338,142	От 0,0005 до 0,005 включ.

Примечания

1 Фон 1 — минимальное значение оптической плотности фона, измеряемое рядом с линией со стороны более коротких волн.

2 Фон 2 — минимальное значение оптической плотности фона, измеряемое рядом с линией со стороны более длинных волн.

Таблица 5 — Длины волн аналитических линий компонентов

Определяемый компонент	Длина волны аналитической линии, нм	Определяемый компонент	Длина волны аналитической линии, нм
Мышьяк	234,984	Хром	357,868
Сурьма	231,147	Кремний	251,611
Свинец	283,307	Железо	302,197
Олово	286,332	Серебро	338,289
Висмут	306,772	Фосфор	253,561
Цинк	334,502	Кадмий	214,441

Окончание таблицы 5

Определяемый компонент	Длина волны аналитической линии, нм	Определяемый компонент	Длина волны аналитической линии, нм
Магний	277,983	Кобальт	345,351
Марганец	279,482	Селен	203,980
Никель	341,477	Теллур	238,325

Допускается применение других аналитических линий и линий сравнения при условии, что они обеспечивают метрологические характеристики анализа и нижние границы настоящего стандарта.

Градуировочные графики строят в координатах $[\lg(I_{л}/I_{ф}) - \lg C]$.

Основной метод для построения графиков — метод «трех эталонов». Допускается применение других видов построения графика, например метода твердого градуировочного графика, метода контрольного эталона и уравнения этого графика при обработке на ЭВМ. Массовую долю определяемых содержаний элементов находят по градуировочному графику, по значению $\lg(I_{л}/I_{ф})$, согласно таблице Б.1 приложения Б по ΔS, вычисленной по трем (двум) спектрограммам или по значениям показаний выходного измерительного прибора n, или по значениям почернений спектральных линий ΔS.

8 Обработка результатов измерений

8.1 С помощью микроденситометра на каждой спектрограмме измеряют почернение аналитической линии определяемого компонента $S_{л+ф}$ и фона $S_{ф}$ (соответствует значениям, указанным в таблицах 3—5). Вычисляют разность почернений $\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф}$. Для двух спектрограмм стандартного образца (образца для градуировки) находят среднее значение ΔS. От полученных значений ΔS переходят к значениям $\lg(I_{л}/I_{ф})$ с помощью таблицы Б.1, приведенной в приложении Б. Используя значения $\lg C$ и $\lg(I_{л}/I_{ф})$, полученные для стандартных образцов, строят на масштабно-координатной бумаге градуировочную характеристику в координатах: $[\lg(I_{л}/I_{ф}) — \lg C]$, где C — массовая доля определяемого компонента в стандартном образце (образце для градуировки).

Выполнение процедуры построения градуировочных характеристик и определение массовой доли компонентов допускается по специальным программам с применением вычислительной техники.

8.2 По градуировочным характеристикам, используя значения $\lg(I_{л}/I_{ф})$ либо ΔS соответственно находят для каждой спектрограммы пробы логарифм значения массовой доли определяемого компонента — X. По формуле $C = 10^{X}$ вычисляют значения массовых долей компонентов — результаты единичных измерений. За результат параллельного определения принимают среднеарифметическое значение двух единичных измерений (по двум спектрограммам для каждой навески пробы).

8.3 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности $P = 0,95$) предела повторяемости r, приведенных в таблице 2.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры в соответствии с нормативными документами государств, проголосовавших за принятие настоящего стандарта[1)].

8.4 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 2. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры по нормативным документам государств, проголосовавших за принятие настоящего стандарта[1)].

[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».

Приложение А
(рекомендуемое)

Приготовление аттестованных смесей

А.1 Аттестованные смеси представляют собой порошки оксида меди, полученные путем растворения чистой основы в азотной кислоте, введения дозируемых добавок растворов компонентов, последующего выпаривания и термического разложения смеси нитратов.

А.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:
- весы специального класса точности по ГОСТ 24104 с дискретностью 0,0001 г;
- печь сопротивления;
- ступку агатовую;
- чашки кварцевые по ГОСТ 19908;
- колбы мерные 2–100–2, 2–250–2 по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1–50 ТХС, В-1–250 ТХС В-1–2000 ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336;
- баню водяную;
- банки полиэтиленовые или полипропиленовые для хранения растворов вместимостью 200 $см^3$.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:
- воду бидистиллированную или деионизированную с сопротивлением не ниже 18 МОм/см;
- кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125 и разбавленную 2:1, 1:1, 1:2;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118;
- кислоту винную по ГОСТ 5817;
- кислоту щавелевую по ГОСТ 22180;
- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор массовой концентрации 20 $г/дм^3$;
- серебро по ГОСТ 6836;
- мышьяк металлический ос. ч[1)];
- висмут по ГОСТ 10928 марки Ви00;
- фосфор по ГОСТ 8655;
- свинец (II) азотнокислый по ГОСТ 4236;
- кадмий по ГОСТ 1467 не ниже марки Кд0;
- кобальт по ГОСТ 123 не ниже марки К1Ау;
- хром по ГОСТ 5905;
- порошок железный по ГОСТ 9849;
- магний по ГОСТ 804 марки Мг90;
- марганец по ГОСТ 6008 марки Мн 998;
- никель по ГОСТ 849 не ниже марки Н-1;
- свинец по ГОСТ 22861 не ниже марки С00;
- сурьма по ГОСТ 1089 не ниже марки Су000;
- селен по ГОСТ 10298;
- натрий кремнекислый[2)];
- олово по ГОСТ 860 не ниже марки О1 пч;
- теллур по ГОСТ 17614;
- цинк по ГОСТ 3640 не ниже марки Ц0;
- медь по ГОСТ 859 марки М00к.

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в настоящем стандарте.

[1)] В Российской Федерации по [3].

[2)] В Российской Федерации по [4].

А.3 Приготовление растворов компонентов

А.3.1 При приготовлении растворов никеля, кобальта, железа, цинка, свинца, висмута, марганца, магния, кадмия, мышьяка, фосфора, серебра, селена и теллура в стаканы вместимостью 250 см^3 каждый помещают навески по 0,6250 г никеля, кобальта, железа, цинка, свинца, висмута, марганца, магния, кадмия, мышьяка, фосфора, серебра, селена и теллура, переводят в мерные колбы вместимостью 250 см^3, приливают до метки азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1.

1 см^3 каждого раствора содержит 2,5 мг каждого из вышеуказанных компонентов.

А.3.2 При приготовлении раствора хрома в стакан вместимостью 250 см^3 помещают навеску 0,6250 г хрома, приливают от 20 до 30 см^3 соляной кислоты и ставят на кипящую водяную баню. Раствор упаривают до сухих солей. Приливают от 5 до 10 см^3 азотной кислоты и упаривают до влажных солей. Операцию обработки солей азотной кислотой повторяют еще три раза. Затем приливают 100 см^3 азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной в соотношении 1:1.

От полученного раствора отбирают пробу от 10 до 20 см^3 и помещают в стакан 50 см^3 для проверки на присутствие хлор-иона с помощью раствора азотнокислого серебра. При обнаружении присутствия хлор-иона операцию обработки азотной кислотой повторяют.

1 см^3 раствора содержит 2,5 мг хрома.

А.3.3 При приготовлении раствора олова в стакан вместимостью 250 см^3 помещают навеску 0,6250 г олова, добавляют 5 г щавелевой кислоты и 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной в соотношении 2:1, выдерживают без нагревания до растворения навески. Переливают раствор в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной в соотношении 2:1.

1 см^3 раствора содержит 2,5 мг олова.

А.3.4 При приготовлении раствора сурьмы в стакан вместимостью 250 см^3 помещают навеску 0,6250 г сурьмы, добавляют 4 г винной кислоты и затем растворяют в избытке горячей азотной кислоты при кипячении. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной в соотношении 1:1.

1 см^3 раствора содержит 2,5 мг сурьмы.

А.3.5 При приготовлении раствора кремния в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают навеску кремнекислого натрия массой 1,0117 г, приливают от 5 до 7 см^3 воды и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной в соотношении 1:2.

1 см^3 раствора содержит 1 мг кремния.

А.3.6 При приготовлении раствора мышьяка в стакан вместимостью 250 см^3 помещают навеску массой 0,6250 г, приливают от 100 до 150 см^3 кипящей азотной кислоты и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной в соотношении 1:1.

1 см^3 раствора содержит 2,5 мг мышьяка.

А.3.7 При приготовлении раствора свинца в мерную колбу вместимостью 250 см^3 помещают навеску азотнокислого свинца массой 0,9988 г, растворяют в 10—15 см^3 и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной в соотношении 1:1.

1 см^3 раствора содержит 2,5 мг свинца.

А.4 Приготовление аттестованных смесей

А.4.1 Приготовление растворов

А.4.1.1 Приготовление раствора 1

В мерную колбу вместимостью 250 см^3 помещают по 10 см^3 азотнокислых растворов олова, кобальта, марганца, висмута, магния, кадмия, мышьяка, теллура и хрома, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной в соотношении 1:1.

1 см^3 раствора 1 содержит по 0,1 мг указанных компонентов.

А.4.1.2 Приготовление раствора 2

В мерную колбу вместимостью 250 см^3 помещают по 10 см^3 азотнокислых растворов свинца, никеля, сурьмы, цинка и селена, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной в соотношении 1:1.

1 см^3 раствора 2 содержит по 0,1 мг указанных компонентов.

А.4.1.3 Приготовление раствора 3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают по 20 см^3 азотнокислых растворов фосфора, железа и серебра и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной в соотношении 1:1.

1 см^3 раствора 3 содержит по 0,5 мг указанных компонентов.

А.4.1.4 Приготовление раствора 4

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 раствора кремнекислого натрия и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной в соотношении 1:1.

1 см^3 раствора 4 содержит 0,1 мг кремния.

А.4.2 Приготовление раствора меди

В ряд стаканов (в зависимости от количества компонентов) вместимостью 2000 $см^3$ помещают по 200 г меди, приливают азотную кислоту, разбавленную в соотношении 1:1 из расчета 7—8 $см^3$ на 1 г меди, и растворяют при нагревании.

А.4.3 В полученные растворы меди вводят рассчитанные объемы (в зависимости от массовой доли определяемых компонентов) растворов 1—4, выпаривают до сухих солей, переносят в кварцевые чашки и прокаливают при температуре от 600 °С до 650 °С до полного разложения нитратов, удаления оксидов азота.

А.4.4 Смеси оксидов растирают в ступке или измельчают любым способом, исключающим загрязнение материала определяемыми компонентами. Ориентировочные массовые доли компонентов в аттестованных смесях приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

В процентах

Обозначение смеси	Компонент			
	Кобальт, марганец, олово, висмут, магний, мышьяк, хром, кадмий, теллур	Селен, никель, свинец, сурьма, цинк	Фосфор, железо, серебро	Кремний
СМ-1	0,00005	0,0001	0,0005	—
СМ-2	0,0001	0,0005	0,001	0,0005
СМ-3	0,0002	0,001	0,002	0,001
СМ-4	0,0005	0,002	0,005	0,002
СМ-5	0,005	0,005	0,01	0,005
СМ-6	0,01	0,01	0,05	0,01
СМ-7	0,05	0,05	0,1	—
СМ-8	0,1	0,1	—	—

Допускается изменение массы навесок меди и компонентов в зависимости от потребности в смесях и массовых долей компонентов, от состава анализируемых проб с соответствующим пересчетом.

А.5 Смеси и оксид меди без примесей хранят в бюксах или банках с завинчивающимися крышками. Способ хранения должен исключать возможность загрязнения и увлажнения смесей. При соблюдении этих условий срок хранения смесей — пять лет.

А.6 Применение смесей допускается после их аттестации в установленном порядке.

Приложение Б
(обязательное)

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

Приводимые таблицы Б.1, Б.2 служат для перевода измеренных значений $\Delta S/\gamma$ и $\lg I_л/I_ф$. В таблицах Б.1, Б.2 приведены результаты, которые рассчитывают по формуле

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

где ΔS — разность плотности почернений на фотопластинке;

γ — фактор контрастности.

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

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

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

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

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

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

В таблицах Б.1, Б.2 приведены наиболее важные для практики аналитической работы значения $\Delta S/\gamma$ от 0,05 до 1,90.

В таблице Б.1 приведены значения $\Delta S/\gamma$ от 0,05 до 0,99; в таблице Б.2 — значения $\Delta S/\gamma$ от 1,00 до 1,90.

В таблице Б.1 представлены значения $\Delta S/\gamma$ с двумя знаками после запятой, цифры в головках других граф от 0 до 9 означают третий знак после запятой значения $\Delta S/\gamma$. Например, $\Delta S/\gamma = 0{,}537$: в первой графе находят значение 0,53 и в графе с цифрой 7 определяют соответствующее значение логарифма $\lg(I_л/I_ф) = 0{,}388$.

Таблица Б.2 построена аналогичным образом с той разницей, что в первой графе приведены значения $\Delta S/\gamma$ с одним знаком после запятой, а цифры в головках других граф обозначают второй после запятой знак значения $\Delta S/\gamma$. Например, $\Delta S/\gamma = 1{,}36$: в первой графе находят значение 1,3, в графе с цифрой 6 — значение логарифма $\lg(I_л/I_ф) = 1{,}341$.

Для значений $\Delta S/\gamma$ менее чем 0,301 значение $\lg(I_л/I_ф)$ отрицательное — знак минус над характеристикой ($\pm$ 1...).

Так как $\lg(I_{л+ф}/I_ф) = \Delta S/\gamma$, то данные, приведенные в таблицах Б.1, Б.2, могут быть применены также 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 таблицах Б.1, Б.2 применяют значения ΔS, при этом используют таблицы аналогичным образом. Если измеренное значение $\Delta S = 0{,}674$, то в первой графе находят значение 0,67 и в графе с цифрой 4 определяют значение логарифма 0,571.

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

Таблица Б.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

Продолжение таблицы Б.1

$\Delta S/\gamma$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,07	–1,243	–1,249	–1,256	–1,263	–1,269	–1,275	–1,282	–1,288	–1,294	–1,300
0,08	–1,306	–1,312	–1,318	–1,323	–1,329	–1,335	–1,340	–1,346	–1,351	–1,357
0,09	–1,362	–1,368	–1,373	–1,378	–1,383	–1,388	–1,393	–1,398	–1,403	–1,408
0,10	–1,413	–1,418	–1,423	–1,428	–1,432	–1,437	–1,442	–1,446	–1,451	–1,455
0,11	–1,460	–1,464	–1,469	–1,473	–1,477	–1,482	–1,486	–1,490	–1,494	–1,499
0,12	–1,503	–1,507	–1,511	–1,515	–1,519	–1,523	–1,527	–1,531	–1,535	–1,539
0,13	–1,543	–1,547	–1,550	–1,554	–1,558	–1,562	–1,566	–1,569	–1,573	–1,577
0,14	–1,580	–1,584	–1,587	–1,591	–1,595	–1,598	–1,602	–1,605	–1,609	–1,612
0,15	–1,616	–1,619	–1,622	–1,626	–1,629	–1,632	–1,636	–1,639	–1,642	–1,646
0,16	–1,649	–1,652	–1,655	–1,658	–1,662	–1,665	–1,668	–1,671	–1,674	–1,677
0,17	–1,680	–1,684	–1,687	–1,690	–1,693	–1,696	–1,699	–1,702	–1,705	–1,708
0,18	–1,711	–1,714	–1,716	–1,719	–1,722	–1,725	–1,728	–1,731	–1,734	–1,737
0,19	–1,739	–1,742	–1,745	–1,748	–1,751	–1,753	–1,756	–1,759	–1,762	–1,764
0,20	–1,767	–1,770	–1,772	–1,775	–1,778	–1,780	–1,783	–1,786	–1,788	–1,791
0,21	–1,794	–1,796	–1,799	–1,801	–1,804	–1,807	–1,809	–1,812	–1,814	–1,817
0,22	–1,819	–1,822	–1,824	–1,827	–1,829	–1,832	–1,834	–1,837	–1,839	–1,842
0,23	–1,844	–1,846	–1,849	–1,851	–1,854	–1,856	–1,858	–1,861	–1,863	–1,866
0,24	–1,868	–1,870	–1,873	–1,875	–1,877	–1,880	–1,882	–1,884	–1,887	–1,889
0,25	–1,891	–1,893	–1,896	–1,898	–1,900	–1,902	–1,905	–1,907	–1,909	–1,911
0,26	–1,914	–1,916	–1,918	–1,920	–1,922	–1,925	–1,927	–1,929	–1,931	–1,933
0,27	–1,936	–1,938	–1,940	–1,942	–1,944	–1,946	–1,948	–1,951	–1,953	–1,955
0,28	–1,957	–1,959	–1,961	–1,963	–1,965	–1,967	–1,969	–1,971	–1,974	–1,976
0,29	–1,978	–1,980	–1,982	–1,984	–1,986	–1,988	–1,990	–1,992	–1,994	–1,996
0,30	–1,998	0,000	0,002	0,004	0,006	0,008	0,010	0,012	0,014	0,016
0,31	0,018	0,020	0,022	0,024	0,026	0,028	0,029	0,031	0,033	0,035

Продолжение таблицы Б.1

$\Delta S/\gamma$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,32	0,037	0,039	0,041	0,043	0,045	0,047	0,049	0,050	0,052	0,054
0,33	0,056	0,058	0,060	0,062	0,064	0,065	0,067	0,069	0,071	0,073
0,34	0,075	0,077	0,078	0,080	0,082	0,084	0,086	0,088	0,089	0,091
0,35	0,093	0,095	0,097	0,098	0,100	0,102	0,104	0,106	0,107	0,109
0,36	0,111	0,113	0,114	0,116	0,118	0,120	0,121	0,123	0,125	0,127
0,37	0,128	0,130	0,132	0,134	0,135	0,137	0,139	0,141	0,142	0,144
0,38	0,146	0,147	0,149	0,151	0,153	0,154	0,156	0,158	0,159	0,161
0,39	0,163	0,164	0,166	0,168	0,170	0,171	0,173	0,175	0,176	0,178
0,40	0,180	0,181	0,183	0,184	0,186	0,188	0,189	0,191	0,193	0,194
0,41	0,196	0,198	0,199	0,201	0,203	0,204	0,206	0,207	0,209	0,211
0,42	0,212	0,214	0,215	0,217	0,219	0,220	0,222	0,224	0,225	0,227
0,43	0,228	0,230	0,231	0,233	0,235	0,236	0,238	0,239	0,241	0,243
0,44	0,244	0,246	0,247	0,249	0,250	0,252	0,253	0,255	0,257	0,258
0,45	0,260	0,261	0,263	0,264	0,266	0,267	0,269	0,270	0,272	0,274
0,46	0,275	0,277	0,278	0,280	0,281	0,283	0,284	0,286	0,287	0,289
0,47	0,290	0,292	0,293	0,295	0,296	0,298	0,299	0,301	0,302	0,304
0,48	0,305	0,307	0,308	0,310	0,311	0,313	0,314	0,316	0,317	0,319
0,49	0,320	0,322	0,323	0,325	0,326	0,328	0,329	0,331	0,332	0,333
0,50	0,335	0,336	0,338	0,339	0,341	0,342	0,344	0,345	0,347	0,348
0,51	0,349	0,351	0,352	0,354	0,355	0,357	0,358	0,360	0,361	0,362
0,52	0,364	0,365	0,367	0,368	0,370	0,371	0,372	0,374	0,375	0,377
0,53	0,378	0,380	0,381	0,382	0,384	0,385	0,387	0,388	0,389	0,391
0,54	0,392	0,394	0,395	0,396	0,398	0,399	0,401	0,402	0,403	0,405
0,55	0,406	0,408	0,409	0,410	0,412	0,413	0,415	0,416	0,417	0,419
0,56	0,420	0,421	0,423	0,424	0,426	0,427	0,428	0,430	0,431	0,432
0,57	0,434	0,435	0,437	0,438	0,439	0,441	0,442	0,443	0,445	0,446
0,58	0,447	0,449	0,450	0,452	0,453	0,454	0,456	0,457	0,458	0,460
0,59	0,461	0,462	0,464	0,465	0,466	0,468	0,469	0,470	0,472	0,473
0,60	0,474	0,476	0,477	0,478	0,480	0,481	0,482	0,484	0,485	0,486
0,61	0,488	0,489	0,490	0,492	0,493	0,494	0,496	0,497	0,498	0,500
0,62	0,501	0,502	0,504	0,505	0,506	0,507	0,509	0,510	0,511	0,513
0,63	0,514	0,515	0,517	0,518	0,519	0,521	0,522	0,523	0,524	0,526
0,64	0,527	0,528	0,530	0,531	0,532	0,533	0,535	0,536	0,537	0,539
0,65	0,540	0,541	0,543	0,544	0,545	0,546	0,548	0,549	0,550	0,551
0,66	0,553	0,554	0,555	0,557	0,558	0,559	0,560	0,562	0,563	0,564

Окончание таблицы Б.1

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

Таблица Б.2 — 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
1,0	0,954	0,965	0,976	0,987	0,998	1,009	1,020	1,031	1,042	1,053
1,1	1,064	1,075	1,086	1,097	1,107	1,118	1,129	1,140	1,150	1,161
1,2	1,172	1,182	1,193	1,204	1,214	1,225	1,235	1,246	1,257	1,267
1,3	1,278	1,288	1,299	1,309	1,320	1,330	1,341	1,351	1,362	1,372
1,4	1,382	1,393	1,403	1,414	1,424	1,434	1,445	1,455	1,465	1,476
1,5	1,486	1,496	1,507	1,517	1,527	1,538	1,548	1,558	1,568	1,579
1,6	1,589	1,599	1,609	1,620	1,630	1,640	1,650	1,661	1,671	1,681
1,7	1,691	1,701	1,712	1,722	1,732	1,742	1,752	1,763	1,773	1,783
1,8	1,793	1,803	1,813	1,824	1,834	1,844	1,854	1,864	1,874	1,884
1,9	1,894	1,905	1,915	1,925	1,935	1,945	1,955	1,965	1,975	1,986

Библиография

[1] Технические условия ТУ 3497-001-51046676—01 — Графитовые электроды для эмиссионного спектрального анализа

[2] Технические условия ТУ 6-43-00205133-54—95 — Фотопластинки фотографические спектрографические. Технические условия

[3] Технические условия ТУ 113-12-112—89 — Мышьяк металлический для полупроводниковых соединений особо чистый

[4] Технические условия ТУ 6-09-01-798—91 — Натрий метасиликат 9-водный для микродобавок (натрий кремнекислый мета марок А и Б)

УДК 669.3:546.56.06:006.354 МКС 77.120.30

Ключевые слова: медь, компонент, метод измерений, стандартный образец, диапазон измерений, показатель точности

БЗ 11—2018/27

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

Сдано в набор 02.10.2018. Подписано в печать 15.10.2018. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,95.

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