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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 28353.1— 2017

СЕРЕБРО

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. Порядок разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 304 «Благородные металлы, сплавы, промышленные и ювелирные изделия из них; вторичные ресурсы, содержащие благородные металлы», Открытым акционерным обществом «Красноярский завод цветных металлов имени В.Н. Гулидова», Акционерным обществом «Приокский завод цветных металлов», Федеральным государственным унитарным предприятием «Московский завод по обработке специальных сплавов», Акционерным обществом «Уралэлектромедь», Государственным научным центром — Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет», Акционерным обществом «Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 сентября 2017 г. № 103-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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 августа 2018 г. № 528-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 28353.1—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2019 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 56142—2014*

6 ВЗАМЕН ГОСТ 28353.1—89

*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 28 августа 2018 г. № 528-ст национальный стандарт ГОСТ Р 56142—2014 отменен с 1 февраля 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 Точность (правильность и прецизионность) методов . . . 2
4.1 Показатели точности методов . . . 2
4.2 Оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа . . . 3
4.3 Контроль точности результатов анализа . . . 4
5 Требования . . . 4
6 Сущность методов . . . 4
7 Спектрографический метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением . . . 5
7.1 Диапазоны измерения массовых долей элементов . . . 5
7.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы . . . 5
7.3 Отбор и подготовка проб . . . 6
7.4 Подготовка к проведению измерений . . . 6
7.5 Проведение измерений . . . 7
8 Спектрометрический метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением . . . 8
8.1 Диапазоны измерения массовых долей элементов . . . 8
8.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы . . . 9
8.3 Отбор и подготовка проб . . . 9
8.4 Подготовка оборудования к проведению измерений . . . 9
8.5 Проведение измерений . . . 10
Приложение А (обязательное) Таблица значений $\lg(I_л/I_ф)$, соответствующих измеренным значениям $\Delta S/\gamma$ . . . 11
Библиография . . . 16

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СЕРЕБРО

Методы атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением спектра

silver. Method of ark atomic-emission analysis

Дата введения — 2019—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на серебро с массовой долей серебра не менее 99,5 %.

Настоящий стандарт устанавливает спектрографический метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением спектра определения массовой доли примесей: алюминия, висмута, железа, золота, иридия, кальция, кобальта, кремния, магния, марганца, меди, мышьяка, никеля, олова, палладия, платины, родия, свинца, сурьмы, теллура, цинка, а также спектрометрический метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением спектра определения массовой доли примесей: алюминия, висмута, галлия, германия, железа, золота, индия, иридия, кадмия, кальция, кобальта, кремния, магния, марганца, меди, мышьяка, никеля, олова, палладия, платины, родия, свинца, селена, сурьмы, теллура, титана, хрома и цинка в серебре.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

ГОСТ OIML R 76-1—2011[2)] Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 334—73 Бумага масштабно-координатная. Технические условия

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-1—2003[3)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-2—2003[4)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

---

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

2) В Российской Федерации наряду с вышеуказанным действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

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

4) В Российской Федерации наряду с вышеуказанным 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».

Издание официальное

ГОСТ ИСО 5725-3—2003[1)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-4—2003[2)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-6—2003[3)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 22864—83[4)] Благородные 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

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 по ГОСТ 8.010, ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ Р 52361 и [1].

4 Точность (правильность и прецизионность) методов

4.1 Показатели точности методов

Показатели точности методов (спектрографического и спектрометрического с дуговым возбуждением спектра) по ГОСТ ИСО 5725-2, ГОСТ ИСО 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 приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Показатели точности методов ($P = 0,95$)

В процентах

Массовые доли определяемых элементов	Границы интервала абсолютной погрешности, $\pm\Delta$	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	0,00005	0,00002	0,00007	0,00003	0,00008	0,00010

[1)] В Российской Федерации наряду с вышеуказанным действует ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений».

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

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

[4)] В Российской Федерации наряду с вышеуказанным действует ГОСТ Р 52599—2006 «Драгоценные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа».

Окончание таблицы 1

Массовые доли определяемых элементов	Границы 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
0,00030	0,00014	0,00005	0,00018	0,00007	0,00019	0,00023
0,00050	0,00025	0,00010	0,00036	0,00013	0,00036	0,00043
0,0010	0,0004	0,00013	0,0005	0,0002	0,0006	0,0007
0,0030	0,0008	0,0003	0,0011	0,0004	0,0011	0,0013
0,0050	0,0016	0,0006	0,0022	0,0008	0,0022	0,0027
0,010	0,003	0,001	0,004	0,0014	0,004	0,005
0,020	0,006	0,002	0,007	0,003	0,008	0,010

Для промежуточных значений массовой доли значения показателей точности находят методом линейной интерполяции по формуле

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

где A_X — значение показателя точности для результата анализа X;

$A_н$, $A_в$ — значения показателей точности, соответствующие наименьшему и наибольшему значениям интервала массовой доли, в котором находится результат анализа;

X — результат анализа;

$C_н$, $C_в$ — наименьшее и наибольшее значения интервала массовой доли, в котором находится результат анализа.

4.1.1 Правильность

Для оценки систематической погрешности настоящих методов определения элементов в серебре используют в качестве опорных значений аттестованные значения массовой доли элементов в стандартных образцах утвержденного типа состава серебра ГСО 7817—2000 (комплект СН) или других СО, не уступающих по набору определяемых элементов и метрологическим характеристикам.

Систематическая погрешность методов при уровне значимости α = 5 % незначима по ГОСТ ИСО 5725-4 для всех определяемых элементов в серебре на всех уровнях определяемых содержаний.

4.1.2 Прецизионность

4.1.2.1 Диапазон (X_{max}—X_{min}) четырех результатов единичных 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 1 критический диапазон $CR_{0,95}(4)$ для n = 4 по ГОСТ ИСО 5725-6 в среднем не чаще одного раза в 20 случаях.

4.1.2.2 В пределах одной лаборатории два результата анализа одной и той же пробы, полученные разными операторами с использованием одного и того же оборудования в разные дни, могут различаться с превышением указанного в таблице 1 предела промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$ по ГОСТ ИСО 5725-3 в среднем не чаще одного раза в 20 случаях.

4.1.2.3 Результаты анализа одной и той же пробы, полученные двумя лабораториями, могут различаться с превышением указанного в таблице 1 предела воспроизводимости R по ГОСТ ИСО 5725-1 в среднем не чаще одного раза в 20 случаях.

4.2 Оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа

4.2.1 Приемлемость результатов параллельных определений оценивают в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 путем сопоставления диапазона этих результатов (X_{max}—X_{min}) с критическим диапазоном $CR_{0,95}(4)$, приведенным в таблице 1.

4.2.2 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 среднее арифметическое значение результатов четырех параллельных определений.

4.2.3 Если диапазон результатов четырех параллельных определений превышает $CR_{0,95}(4)$, анализ повторяют.

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

$$CR_{0,95}(8) = 4{,}3S_r, \quad (2)$$

где S_r — значение стандартного отклонения повторяемости, приведенное в таблице 1, %.

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 среднее арифметическое значение результатов восьми параллельных определений. В противном случае в качестве окончательного результата анализа принимают медиану результатов восьми параллельных определений.

4.3 Контроль точности результатов анализа

4.3.1 Контроль промежуточной прецизионности и воспроизводимости

При контроле промежуточной прецизионности (с изменяющимися факторами оператора и времени) абсолютное значение разности 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 1.

При контроле воспроизводимости абсолютное значение разности 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 1.

4.3.2 Контроль правильности

Контроль правильности проводят путем анализа стандартных образцов состава серебра. Образцы, используемые для контроля правильности, не могут использоваться для получения градуировочных характеристик.

При контроле правильности разность между результатом анализа и принятым опорным (аттестованным) значением массовой доли элемента в стандартном образце не должна превышать критическое значение K.

Критическое значение K вычисляют по формуле

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

где $\Delta_{ат}$ — абсолютная погрешность установления опорного (аттестованного) значения массовой доли элемента в стандартном образце, %;

Δ — границы интервала абсолютной погрешности для опорного (аттестованного) значения стандартного образца (значения Δ приведены в таблице 1), %.

5 Требования

5.1 Общие требования и требования безопасности

Общие требования к методу анализа, требования к обеспечению безопасности выполняемых работ — по ГОСТ 22864.

5.2 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.

6 Сущность методов

Методы анализа основаны на испарении и возбуждении атомов пробы в дуговом разряде, измерении интенсивности излучения атомов определяемых элементов-примесей (далее — элементов) и последующем определении массовой доли этих элементов с помощью градуировочных характеристик, полученных по стандартным образцам состава серебра.

7 Спектрографический метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением

7.1 Диапазоны измерения массовых долей элементов

При спектрографическом методе используют фотографическую регистрацию эмиссионных спектров.

Настоящий метод позволяет определить массовую долю элементов в диапазонах, приведенных в таблице 2, с показателями точности метода анализа, указанными в таблице 1.

Таблица 2 — Диапазоны измерений массовых долей определяемых элементов

В процентах

Определяемый элемент	Диапазон измерения массовой доли	Определяемый элемент	Диапазон измерения массовой доли
Алюминий	От 0,0003 до 0,01 включ.	Мышьяк	От 0,0002 до 0,01 включ.
Висмут	От 0,0001 до 0,01 включ.	Никель	От 0,0002 до 0,01 включ.
Железо	От 0,0002 до 0,02 включ.	Олово	От 0,0002 до 0,02 включ.
Золото	От 0,0002 до 0,02 включ.	Палладий	От 0,0002 до 0,02 включ.
Иридий	От 0,0005 до 0,005 включ.	Платина	От 0,0002 до 0,02 включ.
Кальций	От 0,0003 до 0,01 включ.	Родий	От 0,0002 до 0,01 включ.
Кобальт	От 0,0002 до 0,01 включ.	Свинец	От 0,0002 до 0,01 включ.
Кремний	От 0,0003 до 0,01 включ.	Сурьма	От 0,0001 до 0,01 включ.
Магний	От 0,0002 до 0,01 включ.	Теллур	От 0,0002 до 0,01 включ.
Марганец	От 0,0002 до 0,01 включ.	Цинк	От 0,0002 до 0,01 включ.
Медь	От 0,0001 до 0,02 включ.		

7.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Спектрограф дифракционный с трехлинзовой системой конденсоров, предназначенный для получения спектров в диапазоне от 200 до 400 нм, с обратной линейной дисперсией от 0,6 до 0,7 нм/мм.

Весы по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой погрешности взвешивания не более ± 0,003 г.

Генератор дуги переменного тока силой до 15 А.

Микроденситометр, предназначенный для измерения оптической плотности (почернения) спектральных линий.

Печь сопротивления.

Тигли из графита ос. ч.

Электроды графитовые ос. ч. по нормативно-технической документации[1)] диаметром 6 мм, с кратером глубиной от 1 до 3 мм и диаметром 4 мм.

Электроды графитовые ос. ч. по нормативно-технической документации[2)] диаметром 6 мм, заточенные на полусферу или усеченный конус.

Фотопластинки фотографические спектрографические ПФС-03.

Проявитель контрастный и фиксаж для фотопластинок.

Плита электрическая с закрытой спиралью.

Стаканы химические термостойкие по ГОСТ 25336.

Тигель и чашка фарфоровая по ГОСТ 9147.

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

---

1) В Российской Федерации действуют ТУ 3497-001-51046676—01 «Графитовые электроды для эмиссионного спектрального анализа».

2) В Российской Федерации действуют ТУ 6-43-00205133-54—95 «Фотопластинки фотографические спектрографические. Технические условия».

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Пинцет хирургический.

Ткань хлопчатобумажная по ГОСТ 29298.

Вата медицинская по ГОСТ 5556.

Бумага масштабно-координатная по ГОСТ 334.

Образцы для градуировки (образцы серебра с ранее установленными значениями массовой доли элементов).

Стандартные образцы состава серебра ГСО 7817 (комплект СН) или другие, не уступающие по составу и точности.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 1.

7.3 Отбор и подготовка проб

7.3.1 Пробы для анализа отбирают в соответствии со стандартом, устанавливающим требования к химическому составу серебра.

7.3.2 Пробы серебра могут поступать на анализ в виде ленты, проволоки, стружки, губки, порошка, гранул, кристаллов.

7.3.3 Пробы, поступающие на анализ в виде ленты, проволоки, гранул или стружки, помещают в фарфоровую чашку или стеклянный стакан, прибавляют раствор соляной кислоты 1:1 и кипятят в течение от 5 до 10 мин. Полученный раствор сливают, пробы промывают дистиллированной водой декантацией от 4 до 5 раз и высушивают на воздухе.

Пробы порошка, губки, кристаллов раствором кислоты не обрабатывают.

7.3.4 От проб серебра, поступающих на анализ, отбирают по четыре навески, от образцов для градуировки или стандартных образцов — по две навески массой 200 мг каждая, взвешенных с погрешностью не более ± 5 мг. Допускается взятие навесок другой массы при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 1.

7.3.5 Навески переносят в графитовые тигли, сплавляют в печи сопротивления и получают корольки. Полученные корольки протирают спиртом или обрабатывают раствором соляной кислоты в соответствии с 7.3.3. Допускается сплавление навески непосредственно в кратере нижнего электрода.

7.4 Подготовка к проведению измерений

7.4.1 Оборудование подготавливают к работе согласно инструкциям по эксплуатации. Длины волн аналитических линий элементов и рабочие режимы приборов, рекомендуемые для выполнения анализа, приведены в таблицах 3 и 4 соответственно. Для каждого определяемого элемента выбирают одну из рекомендуемых длин волн. Допускается использование других линий и рабочих режимов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 1.

7.4.2 Электрододержатели и приспособления очищают спиртом от поверхностных загрязнений.

7.4.3 Графитовые тигли и графитовые электроды перед использованием обжигают в течение от 5 до 10 с при силе тока от 5 до 6 А.

7.4.4 Подготовленную к анализу навеску или королек серебра помещают в кратер графитового электрода. Контрэлектродом служит графитовый стержень, заточенный на полусферу или усеченный конус.

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

Таблица 3 — Длины волн аналитических линий элементов

В нанометрах

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии
Алюминий	309,27 308,22	Медь	249,22 324,75
Висмут	289,80 306,77	Мышьяк	234,98

Окончание таблицы 3

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии
Галлий	287,42 403,30	Никель	227,02 305,08
Германий	270,96 303,91	Олово	283,99 266,12
Железо	259,94 302,06	Палладий	324,27 340,46 342,12
Золото	267,59	Платина	265,94
Индий	325,61	Родий	339,68 343,49
Иридий	266,47 322,08	Свинец	261,42 266,32 280,19
Кадмий	228,80	Селен	203,98
Кальций	315,89	Сурьма	259,81 287,79
Кобальт	340,51 345,35	Теллур	238,58
Кремний	288,15	Титан	334,94
Магний	285,21 280,27	Хром	302,15
Марганец	257,28 279,48 280,10	Цинк	334,50

Таблица 4 — Рекомендуемые рабочие режимы

Наименование параметра	Значение параметра
Дуга переменного тока: частота разрядов, Гц фиксированное значение фазы поджига, град. сила тока, А	 100 60 5—6
Условия фотографирования спектров: ширина щели, мм экспозиция, с	 0,010—0,015 25—60

7.5 Проведение измерений

7.5.1 Для получения градуировочных характеристик используют стандартные образцы состава серебра или образцы для градуировки. Спектры каждого стандартного образца (образца для градуировки) и анализируемой пробы фотографируют в одинаковых условиях. Для каждого стандартного образца (образца для градуировки) получают две, а для анализируемой пробы — четыре спектрограммы.

7.5.2 При содержании меди более 0,012 % и железа более 0,002 % используют трехступенчатый ослабитель.

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

7.5.4 С помощью микроденситометра на каждой спектрограмме измеряют почернение аналитической линии определяемого элемента $S_{л+ф}$ (см. таблицу 3) 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). Вычисляют разность почернений $\Delta S = S_{л+ф} - S_{ф}$. Для каждой спектрограммы стандартного образца (образца для градуировки) находят среднее значение. От полученных значений ΔS переходят к значениям $\lg(I_л/I_ф)$ с помощью таблицы, приведенной в приложении А. Используя значения $\lg C$ и $\lg(I_л/I_ф)$, полученные для стандартных образцов, строят на масштабно-координатной бумаге градуировочную характеристику в координатах ($\lg(I_л/I_ф)$ — $\lg C$), [C — массовая доля определяемого элемента в стандартном образце (образце для градуировки)]. По четырем значениям $\lg(I_л/I_ф)1 \div \lg(I_л/I_ф)4$, полученным по четырем спектрограммам для каждого определяемого элемента, находят по графику значения X — логарифма значения массовой доли. По формуле $C = 10^X$ вычисляют значения массовых долей элемента — результаты параллельных определений.

Допускается использование других линий, а также выполнение процедуры построения градуировочных характеристик с применением соответствующих программ вычислительной техники при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 1.

7.5.5 В области верхней границы диапазона массовой доли допускается построение градуировочных характеристик в координатах ΔS — $\lg C$, [ΔS — среднее значение разности почернений аналитической линии и линии сравнения серебра, полученных для каждой спектрограммы стандартного образца (образца для градуировки)].

7.5.6 По градуировочным характеристикам, используя значения $\lg(I_л/I_ф)$ либо ΔS соответственно, находят для каждой спектрограммы пробы логарифм значения массовой доли определяемого элемента — X. Результат параллельного определения содержания элемента, C, %, вычисляют по формуле $C = 10^X$. Выполнение процедуры построения градуировочных характеристик и определения содержания элементов допускается по специальным программам с применением вычислительной техники.

По градуировочным характеристикам, используя четыре параллельных значения $\lg(I_л/I_ф)$ либо ΔS соответственно, полученных по четырем спектрограммам для каждой пробы, находят четыре результата параллельных определений массовой доли каждого элемента в анализируемой пробе.

8 Спектрометрический метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением

8.1 Диапазоны измерения массовых долей элементов

При спектрометрическом методе используют фотоэлектрический способ регистрации эмиссионных спектров.

Метод позволяет определить массовые доли элементов в диапазонах, приведенных в таблице 5.

Таблица 5 — Диапазоны измерений массовых долей определяемых элементов

В процентах

Определяемый элемент	Диапазон измерения массовой доли	Определяемый элемент	Диапазон измерения массовой доли
Алюминий	От 0,0002 до 0,005 включ.	Медь	От 0,0002 до 0,020 включ.
Висмут	От 0,0001 до 0,010 включ.	Мышьяк	От 0,0002 до 0,010 включ.
Галлий	От 0,0002 до 0,005 включ.	Никель	От 0,0002 до 0,010 включ.
Германий	От 0,0002 до 0,003 включ.	Олово	От 0,0002 до 0,010 включ.
Железо	От 0,0001 до 0,020 включ.	Палладий	От 0,0002 до 0,020 включ.
Золото	От 0,0002 до 0,020 включ.	Платина	От 0,0002 до 0,020 включ.
Индий	От 0,0005 до 0,005 включ.	Родий	От 0,0002 до 0,020 включ.
Иридий	От 0,0005 до 0,005 включ.	Свинец	От 0,0002 до 0,020 включ.
Кадмий	От 0,0002 до 0,005 включ.	Селен	От 0,0005 до 0,010 включ.

Окончание таблицы 5

Определяемый элемент	Диапазон измерения массовой доли	Определяемый элемент	Диапазон измерения массовой доли
Кальций	От 0,0003 до 0,010 включ.	Сурьма	От 0,0002 до 0,010 включ.
Кобальт	От 0,0002 до 0,005 включ.	Теллур	От 0,0005 до 0,020 включ.
Кремний	От 0,0003 до 0,010 включ.	Титан	От 0,0002 до 0,003 включ.
Магний	От 0,0002 до 0,005 включ.	Хром	От 0,0002 до 0,005 включ.
Марганец	От 0,0001 до 0,010 включ.	Цинк	От 0,0002 до 0,010 включ.

8.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Спектрометр оптический эмиссионный с обратной линейной дисперсией не более 0,6 нм/мм, спектральной областью от 170 до 500 нм или спектрограф с обратной линейной дисперсией не более 0,6 нм/мм, спектральной областью диапазоном от 170 до 500 нм и регистрацией на диодную матрицу (МАЭС).

Генератор дуги переменного тока до 15 А.

Анализатор многоканальный атомно-эмиссионных спектров (МАЭС) с программным обеспечением — «Атом».

Весы по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допустимой погрешности взвешивания не более ± 0,003 г.

Печь сопротивления.

Плита электрическая с закрытой спиралью.

Тигли из графита ос. ч.

Электроды графитовые ос. ч. по нормативно-технической документации[1)] диаметром 6 мм, с кратером глубиной от 1 до 3 мм и диаметром 4 мм.

Электроды графитовые ос. ч. по нормативно-технической документации[1)] диаметром 6 мм, заточенные на полусферу или усеченный конус.

Стаканы химические термостойкие по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Тигель и чашка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Пинцет хирургический.

Ткань хлопчатобумажная по ГОСТ 29298.

Вата медицинская по ГОСТ 5556.

Образцы для градуировки (образцы серебра с ранее установленными значениями массовых долей элементов).

Стандартные образцы состава серебра ГСО 7817 (комплект СН) или другие, не уступающие по составу элементов и точности.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 1.

8.3 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовку проб к анализу осуществляют по 7.3.

8.4 Подготовка оборудования к проведению измерений

Оборудование подготавливают к работе согласно инструкциям по эксплуатации. Рабочие режимы спектрометра приведены в таблице 6. Допускается использование других рабочих режимов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 1.

[1)] В Российской Федерации действуют ТУ 3497-001-51046676—01 «Графитовые электроды для эмиссионного спектрального анализа».

Таблица 6 — Рекомендуемые рабочие режимы спектрометра

Наименование параметра	Значение параметра
Дуга переменного тока:	
частота разрядов, Гц	100
фиксированное значение фазы поджига, град.	90
сила тока, А	5—6
Условия фотографирования спектров:	
ширина щели, мм	0,010—0,015
экспозиция, с	25—60

8.5 Проведение измерений

8.5.1 Подготовленную к анализу навеску пробы или стандартного образца помещают в углубление нижнего графитового электрода. Противоэлектродом служит графитовый электрод, заточенный на усеченный конус или полусферу.

Межэлектродный промежуток от 1,5 до 2,5 мм устанавливают по промежуточной диафрагме высотой 5 мм, поддерживая постоянным все время экспозиции. Между электродами зажигают дугу переменного тока.

8.5.2 Параметры многоканального анализатора атомно-эмиссионных спектров (МАЭС):

- время единичной экспозиции — 250 мс;
- накоплений в цикле — 120;
- длительность цикла — 120;
- полная экспозиция — от 25 до 60 с.

Регистрация темнового тока проводится дважды перед началом работы и регулярно каждые от 30 до 40 мин во время работы.

В качестве реперной линии используется линия углерода 247,85 нм либо линия серебра 330,57 нм.

8.5.3 Во время действия дугового разряда автоматически измеряется интенсивность аналитической линии каждого из определяемых элементов и фона под максимумом пика на соответствующих длинах волн.

Для получения градуировочных характеристик проводят измерение интенсивности аналитических линий определяемых элементов и фона для стандартных образцов (образцов для градуировки) состава серебра. Градуировочные характеристики строятся автоматически в аналитической программе «Атом» в координатах $\lg I$ — $\lg C$, ($\lg C$ — десятичный логарифм аттестованного значения определяемого элемента в стандартном образце; $\lg I$ — десятичный логарифм интенсивности аналитической линии с учетом фона).

Допускается применять метод постоянного графика при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 1.

8.5.4 Результаты параллельных определений содержания элемента аналитическая программа вычисляет автоматически с выводом на монитор. Результаты измерений и результаты анализа регистрируют в порядке, установленном в организации.

8.5.5 Длины волн аналитических линий, рекомендуемые для выполнения анализа, приведены в таблице 3.

Допускается использование других аналитических линий и режимов работы и параметров МАЭС при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблице 1.

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 $\Delta S/\gamma$ и $\lg I_л/I_ф$. Таблица содержит результаты расчета в формуле

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

где ΔS — разность плотности почернений на фотопластинке;

γ — фактор контрастности.

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

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

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

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

где $\Delta S = S_{л+ф} - S_ф$.

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

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

Таблица А.1 охватывает наиболее важные для практики аналитической работы значения $\Delta S/\gamma$ от 0,05 до 1,90.

Таблица состоит из двух частей: части, охватывающей значения $\Delta S/\gamma$ от 0,05 до 0,99, и части, охватывающей значения $\Delta S/\gamma$ от 1,00 до 1,90.

В первой части таблицы в первой графе 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: находят в первой графе значение 0,53 и в графе с цифрой 7 определяют соответствующее значение логарифма $\lg I_л/I_ф$ = 0,388.

Вторая часть таблицы построена аналогичным образом с той разницей, что в первой графе приводятся 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 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 (± 1...).

Так как $\lg I_{л+ф}/I_ф = \Delta S/\gamma$, 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 ΔS = 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 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

Продолжение таблицы А.1

$\Delta S/\gamma$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
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	$\bar{1}$,616	$\bar{1}$,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
0,17	$\bar{1}$,680	$\bar{1}$,684	$\bar{1}$,687	$\bar{1}$,690	$\bar{1}$,963	$\bar{1}$,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

Продолжение таблицы А.1

$\Delta S/\gamma$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
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	0,190	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	0,0206	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	0,4624	0,465	0,466	0,468	0,469	0,470	0,472	0,473
0,60	0,474	0,476	0,477	0,478	0,478	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	0,5413	0,544	0,545	0,546	0,548	0,549	0,550	0,551

Продолжение таблицы А.1

$\Delta S/\gamma$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,66	0,553	0,554	0,555	0,557	0,558	0,559	0,560	0,562	0,563	0,564
0,67	0,560	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	0615
0,71	0,616	0,617	0,180	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	0,390	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

Окончание таблицы А.1

$\Delta S/\gamma$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
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] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 61—2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

УДК 669.214; 543.06; 543.42; 311.214:006.354 МКС 77.120.99

Ключевые слова: серебро, примеси, элементы, методы (спектрографический и спектрометрический) атомно-эмиссионного анализа, дуга переменного тока, стандартные образцы состава, контроль точности результатов анализа, правильность, прецизионность

БЗ 10—2018/21

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 30.08.2018. Подписано в печать 17.09.2018. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,33. Уч.-изд. л. 2,10.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

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