ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52520— 2006

Платина

МЕТОДЫ АТОМНО-ЭМИССИОННОГО АНАЛИЗА С ДУГОВЫМ ВОЗБУЖДЕНИЕМ СПЕКТРА

Издание официальное

БЗ 2—2005/7

Москва
Стандартинформ
2006

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании» , а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

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

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

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 февраля 2006 г. № 3-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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

© Стандартинформ, 2006

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 Спектрографический метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением . . . 2
4.1 Точность (правильность и прецизионность) . . . 2
4.2 Требования . . . 4
4.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы . . . 4
4.4 Отбор и подготовка проб . . . 4
4.5 Подготовка оборудования к проведению измерений . . . 5
4.6 Проведение измерений . . . 6
4.7 Оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа . . . 6
4.8 Контроль точности результатов анализа . . . 6
5 Спектрометрический метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением . . . 7
5.1 Точность (правильность и прецизионность) . . . 7
5.2 Требования . . . 9
5.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы . . . 9
5.4 Отбор и подготовка проб . . . 10
5.5 Подготовка оборудования к проведению измерений . . . 10
5.6 Проведение измерений . . . 11
5.7 Оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа . . . 12
5.8 Контроль точности результатов анализа . . . 12
Приложение А (обязательное) Таблица значений $\lg(I_л/I_ф)$, соответствующих измеренным значениям $\Delta S/\gamma$ . . . 13
Библиография . . . 17

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Платина

МЕТОДЫ АТОМНО-ЭМИССИОННОГО АНАЛИЗА С ДУГОВЫМ ВОЗБУЖДЕНИЕМ СПЕКТРА

Platinum. Methods of arc atomic-emission analysis

Дата введения — 2006—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на аффинированную платину в слитках и порошке с массовой долей платины не менее 99,8 %, предназначенную для производства сплавов, полуфабрикатов, химических соединений платины и других целей.

Стандарт устанавливает спектрографический и спектрометрический методы атомно-эмиссионного анализа (с дуговым возбуждением спектра) для определения содержания примесей: алюминия, висмута, германия, железа, золота, иридия, кадмия, кальция, кобальта, кремния, магния, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, олова, осмия, палладия, рения, родия, рутения, свинца, серебра, сурьмы, теллура, титана, хрома и цинка в аффинированной платине.

Методы анализа основаны на испарении и возбуждении атомов пробы в дуговом разряде, измерении интенсивности эмиссии атомов определяемых элементов — примесей и последующем определении этих элементов с помощью градуировочных зависимостей, полученных по стандартным образцам состава платины.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 52245—2004 Платина аффинированная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

Издание официальное

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ 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 Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р 8.563.

4 Спектрографический метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением

При спектрографическом методе используют фотографическую регистрацию эмиссионных спектров.

Настоящий метод позволяет определить содержание элементов — примесей в интервалах, приведенных в таблице 1.

Таблица 1— Интервалы содержания определяемых элементов

В процентах

Определяемый элемент	Интервал содержания (массовая доля)	Определяемый элемент	Интервал содержания (массовая доля)
Алюминий	0,0001 — 0,010	Мышьяк	0,001 — 0,010
Висмут	0,001 — 0,010	Никель	0,0001 — 0,003
Железо	0,0005 — 0,03	Олово	0,0005 — 0,010
Золото	0,0001 — 0,015	Палладий	0,0001 — 0,02
Иридий	0,003 — 0,02	Родий	0,0001 — 0,03
Кадмий	0,001 — 0,010	Рутений	0,001 — 0,01
Кальций	0,001 — 0,010	Свинец	0,0001 — 0,010
Кремний	0,0001 — 0,006	Серебро	0,0001 — 0,02
Магний	0,0001 — 0,005	Сурьма	0,0005 — 0,010
Марганец	0,0005 — 0,010	Теллур	0,001 — 0,010
Медь	0,0001 — 0,005	Хром	0,001 — 0,010
Молибден	0,001 — 0,01	Цинк	0,001 — 0,010

4.1 Точность (правильность и прецизионность)

4.1.1 Показатели точности метода

Показатели точности метода: предел абсолютной погрешности результатов анализа Δ (границы интервала, в котором погрешность измерений находится с вероятностью $P = 0,95$), стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости, значения критического диапазона $CR_{0,95}(4)$, предела промежуточной прецизионности $I(TO)$ и предела воспроизводимости R — в зависимости от массовой доли определяемого элемента — примеси приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Показатели точности метода (P = 0,95)

В процентах

Определяемый элемент	Результат анализа (массовая доля)	Предел абсолютной погрешности ± Δ (массовая доля)	Стандартное отклонение повторяемости s_r (массовая доля)	Критический диапазон $CR_{0,95}(4)$ (массовая доля)	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $s_{I(TO)}$ (массовая доля)	Предел промежуточной прецизионности $I(TO)$ (массовая доля)	Предел воспроизводимости R (массовая доля)
Алюминий, золото, кремний, магний, медь, никель, палладий, родий, свинец, серебро	От 0,0001 до 0,0002 включ.	0,00008	0,00008	0,00028	0,00004	0,00011	0,00014
Алюминий, золото, кремний, магний, медь, никель, палладий, родий, свинец, серебро	Св. 0,0002 до 0,0003 включ.	0,0002	0,00015	0,0005	0,00011	0,0003	0,0004
Алюминий, золото, кремний, магний, медь, никель, палладий, родий, свинец, серебро	Св. 0,0003 до 0,0005 включ.	0,0002	0,00022	0,0008	0,00011	0,0003	0,0004
Алюминий, железо, золото, кремний, магний, медь, никель, олово, палладий, родий, свинец, серебро	Св. 0,0005 до 0,001 включ.	0,0005	0,00028	0,0010	0,00025	0,0007	0,0009
Алюминий, железо, золото, кремний, магний, медь, никель, олово, палладий, родий, свинец, серебро	Св. 0,001 до 0,003 включ.	0,0007	0,0006	0,0021	0,00032	0,0009	0,0012
Висмут, кадмий, кальций, марганец, молибден, мышьяк, рутений, сурьма, теллур, хром, цинк	От 0,001 до 0,002 включ.	0,0010	0,0007	0,0027	0,0006	0,0017	0,0022
Висмут, иридий, кадмий, кальций, марганец, молибден, мышьяк, рутений, сурьма, теллур, хром, цинк	Св. 0,002 до 0,003 включ.	0,0020	0,0011	0,0038	0,0012	0,0034	0,0044
Алюминий, железо, олово, родий, свинец, золото, кремний, магний, медь, палладий, серебро	Св. 0,003 до 0,010 включ.	0,0030	0,0017	0,0056	0,0018	0,0050	0,0065
Висмут, иридий, кадмий, кальций, марганец, молибден, мышьяк, рутений, сурьма, теллур, хром, цинк	Св. 0,003 до 0,006 включ.	0,0020	0,0016	0,0059	0,0011	0,0030	0,0039
Висмут, иридий, кадмий, кальций, марганец, молибден, мышьяк, рутений, сурьма, теллур, хром, цинк	Св. 0,006 до 0,010 включ.	0,0056	0,0016	0,0059	0,0027	0,0076	0,0010
Железо, золото, иридий, палладий, родий, серебро	Св. 0,01 до 0,03 включ.	0,0060	0,0020	0,0072	0,0022	0,0080	0,0010

4.1.2 Правильность

Для оценки систематической погрешности данного метода определения элементов — примесей в платине используют в качестве опорных значений аттестованные значения массовых долей элементов в государственных стандартных образцах состава платины ГСО 7351—97(комплект Пл-35) или других ГСО, не уступающих по набору определяемых элементов и метрологическим характеристикам.

Систематическая погрешность метода при уровне значимости $\alpha = 5$ % незначима по ГОСТ Р ИСО 5725-4 для всех определяемых элементов (примесей) в платине на всех уровнях определяемых содержаний.

4.1.3 Прецизионность

4.1.3.1 Диапазон результатов четырех определений, полученных для одной и той же пробы одним оператором с использованием одного и того же оборудования в пределах кратчайшего из возможных интервалов времени, может превышать указанный в таблице 2 критический диапазон $CR_{0,95}(4)$ для $n = 4$ по ГОСТ Р ИСО 5725-6 в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при правильном использовании метода.

4.1.3.2 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 2 предела промежуточной прецизионности $I(TO)$ по ГОСТ Р ИСО 5725-3 в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при правильном использовании метода.

4.1.3.3 Результаты анализа одной и той же пробы, полученные двумя лабораториями в соответствии с 4.3 — 4.7 настоящего стандарта, могут различаться с превышением указанного в таблице 2 предела воспроизводимости R по ГОСТ Р ИСО 5725-1 в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при правильном использовании метода.

4.2 Требования

4.2.1 Общие требования и требования безопасности

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

4.2.2 Требования к квалификации исполнителей

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

4.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Спектрограф дифракционный с трехлинзовой системой конденсоров, предназначенный для получения и фотографирования спектров в диапазоне от 200 до 1000 нм с обратной линейной дисперсией 0,6—0,7 нм/мм.

Генератор дуги постоянного или переменного тока силой до 15 А.

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

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm$ 0,005 г.

Станок для заточки графитовых электродов с набором фрез.

Электроды графитовые по [1] диаметром 6 мм с кратером глубиной 1—3 мм и диаметром 4 мм.

Фотопластинки спектральные, обеспечивающие нормальное почернение.

Проявитель контрастный и фиксаж для фотопластинок.

Плита электрическая с закрытой спиралью.

Сушильный шкаф.

Стаканы химические термостойкие по ГОСТ 25336.

Кислота соляная ос. ч. по ГОСТ 14261.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Образцы для градуировки (образцы платины с ранее установленными в данной лаборатории значениями массовых долей элементов — примесей).

Стандартные образцы состава платины с погрешностью аттестованных значений содержания примесей, не превышающей 1/3 значения предела абсолютной погрешности настоящего метода для каждого уровня содержаний.

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

4.4 Отбор и подготовка проб

4.4.1 Отбор лабораторной пробы от слитков или порошка аффинированной платины проводят по ГОСТ Р 52245.

4.4.2 Пробы платины могут поступать на анализ в виде ленты, проволоки, стружки, губки, порошка.

4.4.3 Пробы, поступающие на анализ в виде ленты, проволоки или стружки, для удаления поверхностных загрязнений кипятят в соляной кислоте, разбавленной 1:1, в течение 10—15 мин. Полученный раствор сливают, пробы промывают дистиллированной водой декантацией 4—5 раз и высушивают на воздухе. Пробы порошка и губки кислотой не обрабатывают.

4.4.4 От проб платины, поступающих на анализ, отбирают по 4 навески, от образцов для градуировки или стандартных образцов — по 2 навески массой (100 ± 5) мг каждая.

4.5 Подготовка оборудования к проведению измерений

4.5.1 Оборудование подготавливают к работе согласно инструкциям по эксплуатации. Рабочие режимы приборов, длины волн аналитических линий и линий сравнения, 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 2.

Таблица 3 — Рекомендуемые рабочие режимы

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

Таблица 4 — Длины волн аналитических линий

В нанометрах

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии	Длина волны линии сравнения Pt	Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии	Длина волны линии сравнения Pt
Алюминий	308,215 309,270 396,152	326,842 326,842 326,842	Мышьяк	234,984	(Фон)
Висмут	298,903 306,770	285,311 326,842	Никель	303,794 305,082 339,299	326,842 326,842 (Фон)
Железо	259,940 296,690 302,064 302,107	285,311 326,842 (Фон) 326,842	Олово	283,999 286,333	285,311 285,311
Золото	267,590 312,282	285,311 326,842	Палладий	325,878 340,458	326,842 326,842
Иридий	269,423 322,078	(Фон) 326,842	Родий	339,685 343,489 346,204	326,842 326,842 326,842
Кадмий	232,928	(Фон)	Рутений	287,498 343,647	285,311 326,842
Кальций	317,933	(Фон)	Свинец	280,200 283,305	(Фон) (Фон)
Кремний	251,611 288,158	285,311 285,311	Серебро	338,289	(Фон)
Магний	277,983 279,553 280,270	285,311 285,311 285,311	Сурьма	259,807 287,792	(Фон) 285,311
Марганец	259,372 279,482	285,311 (Фон)	Теллур	238,576	(Фон)
Медь	324,753 327,396	326,842 326,842	Хром	284,325	(Фон)
Молибден	313,259	(Фон)	Цинк	213,856 334,502	(Фон) (Фон)

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

4.5.2 Электрододержатели и приспособления очищают спиртом от поверхностных загрязнений.

4.5.3 Навеску платины помещают в кратер графитового электрода. Контрэлектродом служит графитовый стержень, заточенный на полусферу или усеченный конус. При использовании в качестве источника возбуждения дуги постоянного тока анализируемая проба является анодом.

4.6 Проведение измерений

4.6.1 Для получения градуировочного графика используют стандартные образцы состава платины 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. При массовой доле магния, меди, серебра в пробе более 0,002 % фотографирование спектра проводят с использованием трехступенчатого ослабителя.

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

4.6.3 С помощью микрофотометра на каждой спектрограмме измеряют почернение аналитической линии определяемого элемента $S_{л+ф}$ и близлежащего фона $S_ф$ и вычисляют разность почернений $\Delta S = S_{л+ф} - S_ф$. 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 градуировочный график в координатах ($\lg C$, $\lg(I_л/I_ф)$), где C — массовая доля (%) определяемого элемента в стандартном образце (образце для градуировки).

4.6.4 По градуировочному графику, используя четыре параллельных значения $\lg(I_л/I_ф)$, полученные по четырем спектрограммам для каждой пробы, находят четыре результата параллельных определений содержания каждого элемента — примеси в анализируемой пробе.

4.7 Оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа

4.7.1 Приемлемость результатов параллельных определений оценивают в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 путем сопоставления диапазона этих результатов ($X_{макс} - X_{мин}$) с критическим диапазоном $CR_{0,95}(4)$, приведенным в таблице 2.

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

4.7.3 Если диапазон результатов четырех параллельных определений превышает $CR_{0,95}(4)$, проводят еще четыре параллельных определения. Рассчитывают критический диапазон для восьми параллельных определений $CR_{0,95}(8)$ по формуле

$$CR_{0,95}(8) = 4,3s_r, \quad (1)$$

где s_r — стандартное отклонение повторяемости.

Если для полученных восьми параллельных определений значение ($X_{макс} - X_{мин}$) не превышает критический диапазон $CR_{0,95}(8)$, то в качестве окончательного результата анализа принимают среднеарифметическое значение результатов восьми параллельных определений. В противном случае в качестве окончательного результата анализа принимают медиану результатов восьми параллельных определений, если в нормативных документах данного предприятия не предусмотрено иное.

4.8 Контроль точности результатов анализа

4.8.1 Контроль промежуточной прецизионности и воспроизводимости

При контроле промежуточной прецизионности (с изменяющимися факторами оператора и времени) абсолютное расхождение двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных разными операторами с использованием одного и того же оборудования в разные дни, не должно превышать предел промежуточной прецизионности $I(TO)$, указанный в таблице 2.

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

4.8.2 Контроль правильности

Контроль правильности проводят путем анализа стандартных образцов платины. Образцы, используемые для контроля правильности, не могут использоваться для получения градуировочных зависимостей.

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

Критическое значение K рассчитывают по формуле

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

где $\Delta_{ат}$ — погрешность установления опорного (аттестованного) значения содержания элемента — примеси в стандартном образце;

Δ — предел абсолютной погрешности результата анализа (значения Δ приведены в таблице 2).

5 Спектрометрический метод атомно-эмиссионного анализа с дуговым возбуждением

При спектрометрическом методе используют фотоэлектрический способ регистрации эмиссионных спектров.

Метод позволяет определить содержание элементов — примесей в интервалах, приведенных в таблице 5.

Таблица 5 — Интервалы содержания определяемых элементов

В процентах

Определяемый элемент	Интервал содержания (массовая доля)	Определяемый элемент	Интервал содержания (массовая доля)
Алюминий	0,0003 — 0,04	Никель	0,0001 — 0,04
Висмут	0,0001 — 0,02	Олово	0,0001 — 0,01
Германий	0,0001 — 0,007	Осмий	0,002 — 0,08
Железо	0,0007 — 0,1	Палладий	0,0003 — 0,1
Золото	0,0003 — 0,08	Рений	0,0007 — 0,1
Иридий	0,002 — 0,2	Родий	0,0007 — 0,2
Кадмий	0,0003 — 0,005	Рутений	0,001 — 0,08
Кальций	0,001 — 0,04	Свинец	0,0003 — 0,04
Кобальт	0,0003 — 0,01	Серебро	0,0006 — 0,02
Кремний	0,0007 — 0,04	Сурьма	0,0003 — 0,05
Магний	0,0003 — 0,04	Теллур	0,0003 — 0,01
Марганец	0,0001 — 0,02	Титан	0,0007 — 0,005
Медь	0,0003 — 0,02	Хром	0,0001 — 0,01
Молибден	0,0001 — 0,005	Цинк	0,001 — 0,04
Мышьяк	0,0001 — 0,015		

5.1 Точность (правильность и прецизионность)

5.1.1 Показатели точности метода

Показатели точности метода: предел абсолютной погрешности результатов анализа Δ (границы интервала, в котором погрешность измерений находится с вероятностью P = 0,95), стандартные отклонения повторяемости и воспроизводимости, значения критического диапазона $CR_{0,95}$(4), предела промежуточной прецизионности $I(TO)$ и предела воспроизводимости R — в зависимости от массовой доли определяемого элемента — примеси приведены в таблицах 6—8.

Таблица 6 — Показатели точности метода. Определение алюминия, висмута, германия, железа, золота, кальция, кобальта, кремния, магния, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, олова, палладия, рения, родия, рутения, свинца, серебра, сурьмы, теллура, титана, хрома, цинка

В процентах

Уровень содержания определяемых элементов (массовая доля)	Предел абсолютной погрешности ± Δ (массовая доля)	Стандартное отклонение повторяемости s_r (массовая доля)	Критический диапазон $CR_{0,95}(4)$ (массовая доля)	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $s_{I(TO)}$ (массовая доля)	Предел промежуточной прецизионности $I(TO)$ (массовая доля)	Предел воспроизводимости R (массовая доля)
0,00010	0,00008	0,000016	0,00006	0,000025	0,00007	0,00008
0,00030	0,00016	0,000044	0,00016	0,000065	0,00018	0,00022
0,00070	0,00028	0,00014	0,00050	0,00012	0,00033	0,00039
0,0010	0,0004	0,0002	0,0007	0,00018	0,0005	0,0006
0,0030	0,0014	0,0007	0,0025	0,0006	0,0017	0,0020
0,0050	0,0022	0,0011	0,0039	0,0009	0,0026	0,0031
0,0070	0,0028	0,0014	0,0050	0,0012	0,0033	0,0039
0,0100	0,0040	0,0020	0,0072	0,0017	0,0047	0,0056
0,020	0,008	0,004	0,014	0,0032	0,009	0,011
0,030	0,009	0,0032	0,012	0,0040	0,011	0,013
0,050	0,012	0,0052	0,019	0,0050	0,014	0,017
0,080	0,017	0,0078	0,028	0,007	0,020	0,024
0,10	0,02	0,0093	0,03	0,011	0,03	0,03
0,20	0,05	0,02	0,07	0,022	0,06	0,067

Примечание — Для промежуточных значений массовых долей показатели точности находят методом линейной интерполяции.

Таблица 7 — Показатели точности метода. Определение иридия и осмия

В процентах

Уровень содержания определяемых элементов (массовая доля)	Предел абсолютной погрешности ± Δ (массовая доля)	Стандартное отклонение повторяемости s_r (массовая доля)	Критический диапазон $CR_{0,95}(4)$ (массовая доля)	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $s_{I(TO)}$ (массовая доля)	Предел промежуточной прецизионности $I(TO)$ (массовая доля)	Предел воспроизводимости R (массовая доля)
0,0020	0,0012	0,0004	0,0014	0,0005	0,0014	0,0017
0,0030	0,0014	0,0007	0,0025	0,0006	0,0017	0,0020
0,0050	0,0022	0,0011	0,0039	0,0009	0,0026	0,0031
0,0070	0,0028	0,0014	0,0050	0,0012	0,0033	0,0039
0,0100	0,0040	0,0020	0,0072	0,0017	0,0047	0,0056
0,020	0,008	0,004	0,014	0,0032	0,009	0,011
0,030	0,012	0,006	0,022	0,0050	0,014	0,017
0,050	0,018	0,009	0,032	0,0076	0,021	0,025
0,080	0,024	0,012	0,043	0,011	0,030	0,034
0,10	0,03	0,014	0,05	0,011	0,030	0,04
0,20	0,07	0,036	0,13	0,029	0,08	0,010

Примечание — Для промежуточных значений массовых долей показатели точности находят методом линейной интерполяции.

Таблица 8 — Показатели точности метода. Определение кадмия

В процентах

Уровень содержания кадмия (массовая доля)	Предел абсолютной погрешности ± Δ (массовая доля)	Стандартное отклонение повторяемости s_r (массовая доля)	Критический диапазон $CR_{0,95}(4)$ (массовая доля)	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $s_{I(TO)}$ (массовая доля)	Предел промежуточной прецизионности $I(TO)$ (массовая доля)	Предел воспроизводимости R (массовая доля)
0,00030	0,00016	0,00004	0,00016	0,000065	0,00018	0,00022
0,00070	0,00043	0,00014	0,00050	0,00012	0,00034	0,00040
0,0010	0,00062	0,00020	0,00072	0,00018	0,0005	0,00056
0,0030	0,0014	0,00036	0,0013	0,0006	0,0017	0,0020
0,0050	0,0022	0,0006	0,0022	0,0009	0,0026	0,0031
Примечание — Для промежуточных значений массовых долей показатели точности находят методом линейной интерполяции.						

5.1.2 Правильность

Для оценки систематической погрешности данного метода определения элементов — примесей в платине используют в качестве опорных значений аттестованные значения массовых долей элементов в государственных стандартных образцах состава платины ГСО 7003—93 (комплект СОПл-21) и ГСО 7351—97 (комплект Пл-35) или других ГСО, не уступающих по набору определяемых элементов и метрологическим характеристикам.

Систематическая погрешность метода при уровне значимости α = 5 % незначима по ГОСТ Р ИСО 5725-4 для всех определяемых элементов — примесей в платине на всех уровнях определяемых содержаний.

5.1.3 Прецизионность

5.1.3.1 Диапазон результатов четырех 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 таблицах 6—8 критический диапазон $CR_{0,95}(4)$ для n = 4 по ГОСТ Р ИСО 5725-6 в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при правильном использовании метода.

5.1.3.2 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 таблицах 6—8 предела промежуточной прецизионности $I(TO)$ по ГОСТ Р ИСО 5725-3 в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при правильном использовании метода.

5.1.3.3 Результаты анализа одной и той же пробы, полученные двумя лабораториями, могут различаться с превышением указанного в таблицах 6—8 предела воспроизводимости R по ГОСТ Р ИСО 5725-1 в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при правильном использовании метода.

5.2 Требования

5.2.1 Общие требования и требования безопасности

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

5.2.2 Требования к квалификации исполнителей

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

5.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Спектрометр с генератором дуги постоянного (переменного) тока или аналитический комплекс на базе спектрографа средней дисперсии с анализатором эмиссионных спектров типа МАЭС и генератором дуги постоянного (переменного) тока.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,001 г.

Электроды графитовые по [1] диаметром 6 мм, заточенные на усеченный конус или полусферу, а также диаметром 4 мм с кратером глубиной 1—3 мм.

Стальная пресс-форма.

Станок для заточки графитовых электродов с набором фрез.

Плита электрическая с закрытой спиралью.

Стаканы химические термостойкие.

Кислота соляная ос. ч. по ГОСТ 14261.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стандартные образцы состава платины с погрешностью аттестованных значений содержания примесей, не превышающей 1/3 значения предела абсолютной погрешности настоящего метода для каждого уровня содержаний.

Образцы для градуировки (образцы платины с ранее установленными в данной лаборатории значениями массовых долей элементов — примесей).

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблицах 6—8.

5.4 Отбор и подготовка проб

5.4.1 Отбор лабораторной пробы от слитков или порошка аффинированной платины проводят по ГОСТ Р 52245.

5.4.2 Пробы платины могут поступать на анализ в виде ленты, проволоки, стружки, губки, порошка.

5.4.3 Пробы, поступающие на анализ в виде ленты, проволоки или стружки, для удаления поверхностных загрязнений кипятят в соляной кислоте, разбавленной 1:1, в течение 10–15 мин. Полученный раствор сливают, пробы промывают дистиллированной водой декантацией 4–5 раз и высушивают на воздухе. Пробы порошка и губки кислотой не обрабатывают.

5.4.4 От лабораторных проб платины отбирают по 4 навески, от образцов для градуировки или стандартных образцов — по 2 навески массой (100 $\pm$ 5) мг каждая. Навески в виде порошка запрессовывают в кратер графитного электрода.

5.5 Подготовка оборудования к проведению измерений

5.5.1 Оборудование подготавливают к работе согласно инструкциям по эксплуатации. Длины волн аналитических линий и рабочие режимы спектрометра приведены в таблицах 9 и 10 соответственно. Для определения кадмия (при массовой доле менее 0,001 %) и рения в дуге постоянного тока проводят дополнительную съемку при условиях, указанных в таблице 10. Допускается использование других аналитических линий и рабочих режимов при условии получения показателей точности, не уступающих указанным в таблицах 6—8.

Таблица 9 — Рекомендуемые длины волн аналитических линий

Определяемый элемент	Интервал содержания (массовая доля), %	Длина волны аналитической линии, нм
Алюминий*	0,0003 — 0,04	309,271
Висмут	0,0001 — 0,02	223,061
Германий	0,0001 — 0,007	259,254; 269,134; 270,963
Железо*	0,0007 — 0,11	296,690; 304,761
Золото*	0,0003 — 0,08	312,282
Иридий*	0,002 — 0,2	292,479; 322,078
Кадмий	0,0003 — 0,005	340,365
Кальций	0,003 — 0,04	317,933
	0,001 — 0,003	396,847
Кобальт	0,0003 — 0,010	340,512; 344,917; 346,280
Кремний*	0,0007 — 0,04	250,689; 251,921; 288,158
Магний	0,0003 — 0,04	279,553; 277,983
	0,0003 — 0,003	280,269
Марганец	0,0001 — 0,02	259,373; 279,482
Медь*	0,0003 — 0,02	222,778
	0,0003 — 0,003	327,396

Окончание таблицы 9

Определяемый элемент	Интервал содержания (массовая доля), %	Длина волны аналитической линии, нм
Молибден	0,0001 — 0,005	313,259; 315,817; 317,035
Мышьяк	0,0001 — 0,014	234,984
Никель*	0,0001 — 0,04	303,794; 310,547
Олово*	0,0001 — 0,008	283,999
Осмий	0,005 — 0,08	263,713
	0,002 — 0,08	283,863; 305,866
Палладий*	0,001 — 0,10	292,249; 325,878
	0,0003 — 0,005	342,124
Рений	0,003 — 0,11	221,426; 339,93
	0,0007 — 0,01	346,047
	0,0007 — 0,02	345,181; 346,472
Родий*	0,005 — 0,2	326,314
	0,0007 — 0,2	332,309
	0,0007 — 0,01	339,685
Рутений*	0,001 — 0,08	343,674
Свинец	0,0003 — 0,04	280,200
Серебро	0,0006 — 0,02	338,289
Сурьма*	0,0003 — 0,05	217,581; 231,147
Теллур	0,0003 — 0,011	238,576
Титан	0,0007 — 0,005	323,904; 324,199; 334,941
Хром	0,0001 — 0,01	283,563; 284,324
Цинк	0,001 — 0,04	334,502; 334,557
* Определение проводят методом внутреннего стандарта.		

Таблица 10 — Рекомендуемые рабочие режимы спектрометра

Параметр	Значение параметра	
	Основная съемка	Дополнительная съемка (Cd, Re)
Дуга постоянного тока: сила тока, А	10 — 12	5 — 6
Дуга переменного тока: частота разрядов, Гц фиксированное значение фазы поджига, град. сила тока, А	 100 60 10 — 12	 — — —
Условия регистрации спектров: ширина щели, мм время экспонирования, с	 0,015 60	 0,015 30

5.5.2 Электрододержатели очищают спиртом от поверхностных загрязнений.

5.6 Проведение измерений

5.6.1 Навеску образца для градуировки или анализируемой пробы помещают в кратер графитового электрода. Контрэлектродом служит графитовый стержень, заточенный на полусферу или усеченный конус. При использовании в качестве источника возбуждения дуги постоянного тока навеска является анодом.

5.6.2 Для получения градуировочной зависимости проводят измерение интенсивности аналитических линий определяемых элементов и линии сравнения для стандартных образцов (образцов для градуировки). Для каждого из определяемых элементов выбирают одну из рекомендуемых аналитических линий. Измерения проводят по методу внутреннего стандарта для следующих элементов: алюминий, железо, золото, иридий, кремний, медь, никель, олово, палладий, родий, рутений, сурьма. В качестве внутреннего стандарта выбирают линию платины 228,048 нм. Для остальных элементов аналитическим сигналом является абсолютное значение интенсивности линии за вычетом фона.

Измерения проводят для двух навесок стандартных образцов состава платины или образцов для градуировки и получают среднее значение.

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

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

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

5.7 Оценка приемлемости результатов параллельных определений и получение окончательного результата анализа

5.7.1 Приемлемость результатов параллельных определений оценивают в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 путем сопоставления диапазона этих результатов ($X_{макс} - X_{мин}$) с критическим диапазоном $CR_{0,95}(4)$, приведенным в таблицах 6—8.

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

5.7.3 Если диапазон результатов четырех параллельных определений превышает $CR_{0,95}(4)$, проводят еще четыре параллельных определения. Рассчитывают критический диапазон для восьми параллельных определений $CR_{0,95}(8)$ по формуле

$$CR_{0,95}(8) = 4{,}3\, s_r, \qquad (3)$$

где s_r — стандартное отклонение повторяемости.

Если для полученных восьми параллельных определений значение ($X_{макс} - X_{мин}$) не превышает критический диапазон $CR_{0,95}(8)$, то в качестве окончательного результата анализа принимают среднеарифметическое результатов восьми параллельных определений. В противном случае в качестве окончательного результата анализа принимают медиану результатов восьми параллельных определений, если в нормативных документах данного предприятия не предусмотрено иное.

5.8 Контроль точности результатов анализа

5.8.1 Контроль промежуточной прецизионности и воспроизводимости

При контроле промежуточной прецизионности (с изменяющимися факторами оператора и времени) абсолютное расхождение двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных разными операторами с использованием одного и того же оборудования в разные дни, не должно превышать предел промежуточной прецизионности $I(TO)$, указанный в таблицах 6—8.

При контроле воспроизводимости абсолютное расхождение двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных двумя лабораториями, в соответствии с требованиями настоящего стандарта не должно превышать предел воспроизводимости R, указанный в таблицах 6—8.

5.8.2 Контроль правильности

Контроль правильности проводят путем анализа стандартных образцов платины. Образцы, используемые для контроля правильности, не могут использоваться для получения градуировочных зависимостей.

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

Критическое значение K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{ат}^2 + \Delta^2}\ , \qquad (4)$$

где $\Delta_{ат}$ — погрешность установления опорного (аттестованного) значения содержания элемента — примеси в стандартном образце;

Δ — предел абсолютной погрешности результата анализа (значения Δ приведены в таблицах 6—8).

Приложение А
(обязательное)

Таблица значений lg ($I_{\text{п}} / I_{\text{ф}}$), соответствующих измеренным значениям $\Delta S / \gamma$

Приводимая ниже таблица А.1 служит для перевода измеренных значений $\Delta S / \gamma$ и $\lg I_{\text{л}}/I_{\text{ф}}$.

Таблица содержит результаты расчета по формуле

$$\lg I_{\text{л}}/I_{\text{ф}} = \lg (10^{\Delta S / \gamma} - 1), \qquad \text{(А.1)}$$

где ΔS — разность плотности почернений на фотопластинке;

γ — фактор контрастности.

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

$$I_{\text{л}}/I_{\text{ф}} = I_{\text{л + ф}}/I_{\text{ф}} - 1. \qquad \text{(А.2)}$$

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

$$\lg I_{\text{л + ф}}/I_{\text{ф}} = \Delta S / \gamma \text{, где } \Delta S = S_{\text{л + ф}} - S_{\text{ф}}. \qquad \text{(А.3)}$$

Отсюда, пользуясь выражением $I_{\text{п}}/I_{\text{ф}} = I_{\text{п + ф}}/I_{\text{ф}} - 1$, получаем $\lg I_{\text{п}}/I_{\text{ф}} = \lg (I_{\text{п + ф}}/I_{\text{ф}} - 1) = \lg (10^{\Delta S/\gamma} - 1)$.

Таблица А.1 охватывает наиболее важные для практики аналитической работы значения $\Delta S / \gamma$ от 0,05 до 1,9.

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 1,9.

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, $\Delta S / \gamma = 0{,}537$: в первой графе находят значение 0,53 и в графе с цифрой 7 определяют соответствующее значение логарифма $\lg I_{\text{п}}/I_{\text{ф}} = 0{,}388$.

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 $\lg I_{\text{п}}/I_{\text{ф}} = 1{,}341$.

Для значений $\Delta S / \gamma$, меньших чем 0,301, значение $\lg I_{\text{п}}/I_{\text{ф}}$ отрицательное — знак минус над характеристикой ($\pm \bar{1}$ ....).

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

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

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

Таблица А.1 — Значения $\lg (I_{\text{п}}/I_{\text{ф}})$, соответствующие измеренным значениям $\Delta S / \gamma$

$\Delta S / \gamma$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,05	$\bar{1}$,086	$\bar{1}$,096	$\bar{1}$,104	$\bar{1}$,113	$\bar{1}$,122	$\bar{1}$,130	$\bar{1}$,139	$\bar{1}$,147	$\bar{1}$,155	$\bar{1}$,163
0,06	$\bar{1}$,171	$\bar{1}$,178	$\bar{1}$,186	$\bar{1}$,193	$\bar{1}$,201	$\bar{1}$,208	$\bar{1}$,215	$\bar{1}$,222	$\bar{1}$,229	$\bar{1}$,236
0,07	$\bar{1}$,243	$\bar{1}$,249	$\bar{1}$,256	$\bar{1}$,263	$\bar{1}$,269	$\bar{1}$,275	$\bar{1}$,282	$\bar{1}$,288	$\bar{1}$,294	$\bar{1}$,300
0,08	$\bar{1}$,306	$\bar{1}$,312	$\bar{1}$,318	$\bar{1}$,323	$\bar{1}$,329	$\bar{1}$,335	$\bar{1}$,340	$\bar{1}$,346	$\bar{1}$,351	$\bar{1}$,357
0,09	$\bar{1}$,362	$\bar{1}$,368	$\bar{1}$,373	$\bar{1}$,378	$\bar{1}$,383	$\bar{1}$,388	$\bar{1}$,393	$\bar{1}$,398	$\bar{1}$,403	$\bar{1}$,408
0,10	$\bar{1}$,413	$\bar{1}$,418	$\bar{1}$,423	$\bar{1}$,428	$\bar{1}$,432	$\bar{1}$,437	$\bar{1}$,442	$\bar{1}$,446	$\bar{1}$,451	$\bar{1}$,455
0,11	$\bar{1}$,460	$\bar{1}$,464	$\bar{1}$,469	$\bar{1}$,473	$\bar{1}$,477	$\bar{1}$,482	$\bar{1}$,486	$\bar{1}$,490	$\bar{1}$,494	$\bar{1}$,499
0,12	$\bar{1}$,503	$\bar{1}$,507	$\bar{1}$,511	$\bar{1}$,515	$\bar{1}$,519	$\bar{1}$,523	$\bar{1}$,527	$\bar{1}$,531	$\bar{1}$,535	$\bar{1}$,539

Продолжение таблицы А.1

ΔS / γ	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,13	$\bar{1}$,543	$\bar{1}$,547	$\bar{1}$,550	$\bar{1}$,554	$\bar{1}$,558	$\bar{1}$,562	$\bar{1}$,566	$\bar{1}$,569	$\bar{1}$,573	$\bar{1}$,577
0,14	$\bar{1}$,580	$\bar{1}$,584	$\bar{1}$,587	$\bar{1}$,591	$\bar{1}$,595	$\bar{1}$,598	$\bar{1}$,602	$\bar{1}$,605	$\bar{1}$,609	$\bar{1}$,612
0,15	$\bar{1}$,615	$\bar{1}$,619	$\bar{1}$,622	$\bar{1}$,626	$\bar{1}$,629	$\bar{1}$,632	$\bar{1}$,636	$\bar{1}$,639	$\bar{1}$,642	$\bar{1}$,646
0,16	$\bar{1}$,649	$\bar{1}$,652	$\bar{1}$,655	$\bar{1}$,658	$\bar{1}$,662	$\bar{1}$,665	$\bar{1}$,668	$\bar{1}$,671	$\bar{1}$,674	$\bar{1}$,677
0,17	$\bar{1}$,680	$\bar{1}$,684	$\bar{1}$,687	$\bar{1}$,690	$\bar{1}$,693	$\bar{1}$,696	$\bar{1}$,699	$\bar{1}$,702	$\bar{1}$,705	$\bar{1}$,708
0,18	$\bar{1}$,711	$\bar{1}$,714	$\bar{1}$,716	$\bar{1}$,719	$\bar{1}$,722	$\bar{1}$,725	$\bar{1}$,728	$\bar{1}$,731	$\bar{1}$,734	$\bar{1}$,737
0,19	$\bar{1}$,739	$\bar{1}$,742	$\bar{1}$,745	$\bar{1}$,748	$\bar{1}$,751	$\bar{1}$,753	$\bar{1}$,756	$\bar{1}$,759	$\bar{1}$,762	$\bar{1}$,764
0,20	$\bar{1}$,767	$\bar{1}$,770	$\bar{1}$,772	$\bar{1}$,775	$\bar{1}$,778	$\bar{1}$,780	$\bar{1}$,783	$\bar{1}$,786	$\bar{1}$,788	$\bar{1}$,791
0,21	$\bar{1}$,794	$\bar{1}$,796	$\bar{1}$,799	$\bar{1}$,801	$\bar{1}$,804	$\bar{1}$,807	$\bar{1}$,809	$\bar{1}$,812	$\bar{1}$,814	$\bar{1}$,817
0,22	$\bar{1}$,819	$\bar{1}$,822	$\bar{1}$,824	$\bar{1}$,827	$\bar{1}$,829	$\bar{1}$,832	$\bar{1}$,834	$\bar{1}$,837	$\bar{1}$,839	$\bar{1}$,842
0,23	$\bar{1}$,844	$\bar{1}$,846	$\bar{1}$,849	$\bar{1}$,851	$\bar{1}$,854	$\bar{1}$,856	$\bar{1}$,858	$\bar{1}$,861	$\bar{1}$,863	$\bar{1}$,866
0,24	$\bar{1}$,868	$\bar{1}$,870	$\bar{1}$,873	$\bar{1}$,875	$\bar{1}$,877	$\bar{1}$,880	$\bar{1}$,882	$\bar{1}$,884	$\bar{1}$,887	$\bar{1}$,889
0,25	$\bar{1}$,891	$\bar{1}$,893	$\bar{1}$,896	$\bar{1}$,898	$\bar{1}$,900	$\bar{1}$,902	$\bar{1}$,905	$\bar{1}$,907	$\bar{1}$,909	$\bar{1}$,911
0,26	$\bar{1}$,914	$\bar{1}$,916	$\bar{1}$,918	$\bar{1}$,920	$\bar{1}$,922	$\bar{1}$,925	$\bar{1}$,927	$\bar{1}$,929	$\bar{1}$,931	$\bar{1}$,933
0,27	$\bar{1}$,936	$\bar{1}$,938	$\bar{1}$,940	$\bar{1}$,942	$\bar{1}$,944	$\bar{1}$,946	$\bar{1}$,948	$\bar{1}$,951	$\bar{1}$,953	$\bar{1}$,955
0,28	$\bar{1}$,957	$\bar{1}$,959	$\bar{1}$,961	$\bar{1}$,963	$\bar{1}$,965	$\bar{1}$,967	$\bar{1}$,969	$\bar{1}$,971	$\bar{1}$,974	$\bar{1}$,976
0,29	$\bar{1}$,978	$\bar{1}$,980	$\bar{1}$,982	$\bar{1}$,984	$\bar{1}$,986	$\bar{1}$,988	$\bar{1}$,990	$\bar{1}$,992	$\bar{1}$,994	$\bar{1}$,996
0,30	1,998	0,000	0,002	0,004	0,006	0,008	0,010	0,012	0,014	0,016
0,31	0,018	0,020	0,022	0,024	0,026	0,028	0,029	0,031	0,033	0,035
0,32	0,037	0,039	0,041	0,043	0,045	0,047	0,049	0,050	0,052	0,054
0,33	0,056	0,058	0,060	0,062	0,064	0,065	0,067	0,069	0,071	0,073
0,34	0,075	0,077	0,078	0,080	0,082	0,084	0,086	0,088	0,089	0,091
0,35	0,093	0,095	0,097	0,098	0,100	0,102	0,104	0,106	0,107	0,109
0,36	0,111	0,113	0,114	0,116	0,118	0,120	0,121	0,123	0,125	0,127
0,37	0,128	0,130	0,132	0,134	0,135	0,137	0,139	0,141	0,142	0,144
0,38	0,146	0,147	0,149	0,151	0,153	0,154	0,156	0,158	0,159	0,161
0,39	0,163	0,164	0,166	0,168	0,170	0,171	0,173	0,175	0,176	0,178
0,40	0,180	0,181	0,183	0,184	0,186	0,188	0,189	0,191	0,193	0,194
0,41	0,196	0,198	0,199	0,201	0,203	0,204	0,206	0,207	0,209	0,211
0,42	0,212	0,214	0,215	0,217	0,219	0,220	0,222	0,223	0,225	0,227
0,43	0,228	0,230	0,231	0,233	0,235	0,236	0,238	0,239	0,241	0,243
0,44	0,244	0,246	0,247	0,249	0,250	0,252	0,253	0,255	0,257	0,258
0,45	0,260	0,261	0,263	0,264	0,266	0,267	0,269	0,270	0,272	0,274
0,46	0,275	0,277	0,278	0,280	0,281	0,283	0,284	0,286	0,287	0,289
0,47	0,290	0,292	0,293	0,295	0,296	0,298	0,299	0,301	0,302	0,304

Продолжение таблицы А.1

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

Окончание таблицы А.1

$\Delta S / \gamma$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,85	0,784	0,785	0,786	0,787	0,789	0,790	0,791	0,792	0,793	0,794
0,86	0,795	0,797	0,798	0,799	0,800	0,801	0,802	0,804	0,805	0,806
0,87	0,807	0,808	0,809	0,811	0,812	0,813	0,814	0,815	0,816	0,817
0,88	0,819	0,820	0,821	0,822	0,823	0,824	0,826	0,827	0,828	0,829
0,89	0,830	0,831	0,832	0,834	0,835	0,836	0,837	0,838	0,839	0,840
0,90	0,842	0,843	0,844	0,845	0,846	0,847	0,848	0,850	0,851	0,852
0,91	0,853	0,854	0,855	0,856	0,858	0,859	0,860	0,861	0,862	0,863
0,92	0,864	0,866	0,867	0,868	0,869	0,870	0,871	0,872	0,873	0,875
0,93	0,876	0,877	0,878	0,879	0,880	0,881	0,883	0,884	0,885	0,886
0,94	0,887	0,888	0,889	0,890	0,892	0,893	0,894	0,895	0,896	0,897
0,95	0,898	0,899	0,901	0,902	0,903	0,904	0,905	0,906	0,907	0,908
0,96	0,910	0,911	0,912	0,913	0,914	0,915	0,916	0,917	0,919	0,920
0,97	0,921	0,922	0,923	0,924	0,925	0,926	0,927	0,929	0,930	0,931
0,98	0,932	0,933	0,934	0,935	0,936	0,938	0,939	0,940	0,941	0,942
0,99	0,943	0,944	0,945	0,946	0,948	0,949	0,950	0,951	0,952	0,953
1,0	0,954	0,965	0,976	0,987	0,998	1,009	1,020	1,031	1,042	1,053
1,1	1,064	1,075	1,086	1,097	1,107	1,118	1,129	1,140	1,150	1,161
1,2	1,172	1,182	1,193	1,204	1,214	1,225	1,235	1,246	1,257	1,267
1,3	1,278	1,288	1,299	1,309	1,320	1,330	1,341	1,351	1,362	1,372
1,4	1,382	1,393	1,403	1,414	1,424	1,434	1,445	1,455	1,465	1,476
1,5	1,486	1,496	1,507	1,517	1,527	1,538	1,548	1,558	1,568	1,579
1,6	1,589	1,599	1,609	1,620	1,630	1,640	1,650	1,661	1,671	1,681
1,7	1,691	1,701	1,712	1,722	1,732	1,742	1,752	1,763	1,773	1,783
1,8	1,793	1,803	1,813	1,824	1,834	1,844	1,854	1,864	1,874	1,884
1,9	1,894	1,905	1,915	1,925	1,935	1,945	1,955	1,965	1,975	1,986

Библиография

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

УДК 669.231:543.06:006.354 ОКС 39.060 В59

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

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 20.02.2006. Подписано в печать 16.03.2006. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 1,90. Тираж 150 экз. Зак. 156. С 2590.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru