УДК 669.3.001.4:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МЕДЬ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ

Метод эмиссионно-спектрального анализа с фотоэлектрической регистрацией спектра

Copper of high purity.
Method of emission-spectral analysis
with photoelectric registration of spectrum

ГОСТ 27981.3—88

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.1990
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает эмиссионно-спектральный метод определения примесей в меди высокой чистоты в диапазонах массовых долей $x \cdot 10^{-4}$:

висмута	0,10—5	свинца	0,10—20
железа	2—25	селена	0,80—20
кадмия	0,30—5	серебра	0,30—25
кобальта	0,10—10	сурьмы	0,70—20
кремния	1—20	теллура	0,50—10
марганца	0,10—10	фосфора	2—25
мышьяка	0,40—10	хрома	0,40—20
никеля	0,60—20	цинка	0,60—20
олова	0,20—10		

Метод основан на измерении интенсивностей спектральных линий определяемых элементов на дифракционном спектрометре типа МФС-6, МФС-8. Спектр излучения возбуждается дугой постоянного тока между подставным графитовым электродом и таблеткой оксида меди, полученной путем растворения пробы в азотной кислоте и термическом разложении солей.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности при выполнении анализов по ГОСТ 27981.0.

1.2. Массовую долю примесей определяют параллельно в двух навесках.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Дифракционный спектрометр типа МФС-6, МФС-8.

Генератор УГЭ-4 или любой другой источник постоянного тока с устройством для высокочастотного поджигания дуги, реостатом и амперметром, обеспечивающим напряжение 200—400 В и силу тока до 12 А. Электропечь сопротивления камерная лабораторная любого типа, позволяющая регулировать температуру нагрева до 900°С.

Электрошкаф сушильный лабораторный.

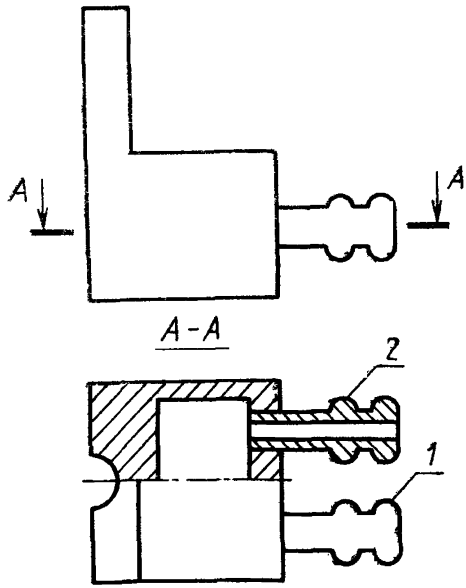
Станок для заточки графитовых и металлических электродов, например, модель КП-35 или другого типа.

Пресс-форма из легированной стали (например, ХВГ) с пуансоном диаметром 4—6 мм, высотой 50—80 мм.

Весы лабораторные электронные 4-го класса точности типа ВЛЭ-1 кг или торсионные ВТ-1000 класса точности 4.

Электроды-подставки графитовые, электрододержатели медные, водоохлаждаемые, обеспечивающие теплоотвод для предотвращения полного расплава королька при силе тока 10 А (черт. 1).

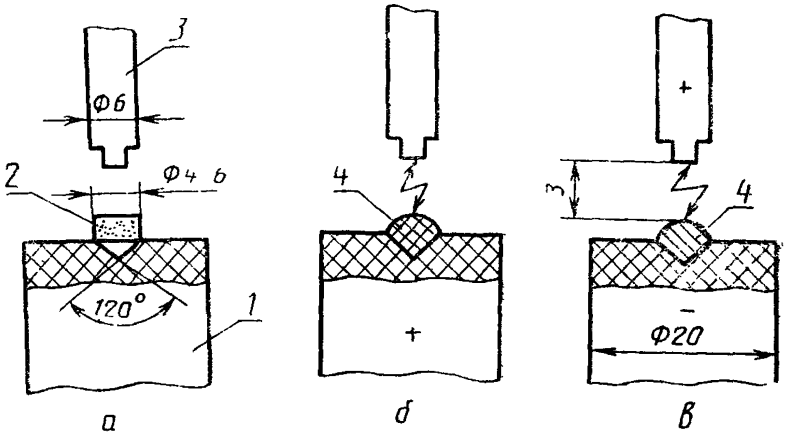
Электрододержатели



1 — штуцер для входа охлаждающей воды *2* — штуцер для выхода охлаждающей воды

Черт 1

Электроды графитовые из спектральных углей марки ОСЧ или С-3 в виде прутков со штифтообразной заточкой с площадкой диаметром 3 мм (черт. 2).



1 — графитовый электрод-подставка; *2* — таблетка пробы или стандартного образца; *3* — графитовый электрод; *4* — капля расплава

а — до экспонирования, *б* — при анодной полярности таблетки, *в* — при катодной полярности таблетки.

Черт. 2

Весы аналитические лабораторные любого типа 2-го класса точности с погрешностью взвешивания по ГОСТ 24104.

Весы технические любого типа с погрешностью взвешивания по прилагаемому паспорту.

Весы торсионные любого типа с погрешностью взвешивания по прилагаемому паспорту.

Ступка агатовая с пестиком, или чаша фарфоровая глазурованная с медным пестиком.

Пинцет медицинский.

Магнит.

Секундомер по ГОСТ 5072 или часы сигнальные.

Твердомер ТШ-2 или пресс, обеспечивающий получение усилия 1—1,5 тс.

Установка для перегонки азотной кислоты любого типа.

Установка для двойной перегонки воды типа ВС или другого типа.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Банки пластмассовые с крышками.

Чаши из кварцевого стекла по ГОСТ 19908 или чаши фарфоровые по ГОСТ 9147.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

Бумага масштабно-координатная по ГОСТ 334 марки ЛН.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, или бидистиллированная.

Вода деионизированная, полученная пропусканием дистиллированной воды через ионообменную колонку с катионитом, например, марки КУ-2—8, или вода бидистиллированная.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125, или кислота азотная по ГОСТ 4461 (перегнанная в установке) и разбавленная 1:1, 2:1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Катионит марки КУ-2—8 по ГОСТ 20298.

Стандартные образцы состава меди.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление стандартных образцов для градуировки приведено в приложении 1.

3.2. Перед выполнением анализа протирают спиртом ступку, пресс-форму, чаши и пинцет. Расход спирта на одно определение 10 г. После сжигания каждой пробы протирают спиртом и электрододержители.

От пробы отбирают две навески массой по 5—10 г. Навески помещают в выпарительные чаши, приливают азотной кислоты, разбавленной 1:1, из расчета 8—10 $см^3$ кислоты на 1 г пробы и растворяют при нагревании.

Полученные растворы выпаривают досуха, чаши с сухими солями помещают в печь, прокаливают при температуре (600±50) °С в течение 30 мин с момента прекращения выделения оксидов азота. Полученный оксид меди растирают в ступке. От оксидных порошков отбирают по три навески массой 0,500 г из каждой исходной навески и прессуют в таблетки.

Допускается изменение массы таблетки от 0,300 до 1,000 г с целью достижения требуемых нижних границ содержаний определяемых элементов.

Образцы в виде оксидных порошков также прессуют в таблетки. Масса таблеток образцов для градуировки и анализируемой пробы должна быть одинакова.

Подготовленные к анализу таблетки хранят в бюксах, пластмассовых или полиэтиленовых банках с завинчивающимися крышками.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Таблетки проб помещают на графитовые электроды-подставки. Торцевую часть электродов для удаления поверхностных загрязнений прокаливают в дуге постоянного тока в течение 20 с

при силе тока 6—10 А, используя электрод-подставку в качестве анода дуги (см. четр. 2). Для верхних электродов применяют графитовые стержни марки ОСЧ или предварительно обожженные стержни марки С-3.

4.2. Анализ проводят в два этапа: при анодной и катодной полярности таблетки.

4.2.1. На первом этапе определяют массовые доли легколетучих примесей: кадмия, селена, мышьяка, теллура, свинца, висмута, фосфора, сурьмы, цинка, олова. Предварительно проводят обжиг таблетки, используя графитовую подставку с помещенной на нее таблеткой в качестве анода. Для этого сначала зажигают дугу постоянного тока между верхним электродом и подставкой. Лишь после сплавления части таблетки анодное пятно дуги переходит на образовавшийся расплав (королек) оксидов. Этот переход может быть ускорен тем, что после зажигания выключают и включают ток до тех пор, пока дуга не перейдет на расплав. Продолжительность обжига с момента перехода дуги на расплав — 5 с.

По окончании обжига начинают аналитическую экспозицию продолжительностью 40 с в абсолютном режиме.

Первоначально установленный межэлектродный промежуток периодически корректируют в течение всей экспозиции по увеличенному изображению дуги на экране специальной короткофокусной проекционной системы, перемещая электрододержатели.

Регистрацию спектров проводят при ширине входной щели 0,035 мм, освещении входной щели растровым конденсором, разрядном промежутке 30 мм, силе тока дуги 10 А, времени экспозиции 40 с.

4.2.2. На втором этапе определяют массовые доли труднолетучих примесей: железа, марганца, никеля, серебра, кобальта, кремния, хрома.

Образующийся на первом этапе анализа королек помещают на свежезаточенную графитовую подставку и проводят его обжиг в течение 5 с, используя графитовую подставку в качестве катода.

Регистрацию спектров проводят при разрядном промежутке 3 мм, силе тока дуги 5 А, времени экспозиции 20—30 с в абсолютном или относительном режимах, используя в качестве сигнала сравнения сигнал, измеренный в канале спектрально неразложенного света.

Допускается проводить второй этап, не снимая королек с подставки по окончании первого этапа, изменив полярность электрода с пробой и силу тока дуги.

4.3. Для каждой таблетки регистрируют показания выходного измерительного прибора (I), пропорциональные интенсивности спектральной линии определяемого элемента при длине волны, приведенной в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Длина волны, нм	Определяемый элемент	Длина волны, нм
Висмут	306,772	Свинец	283,307
Железо	302,107	Селен	203,980
Кадмий	214,441	Серебро	338,289
Кобальт	345,351	Сурьма	231,147
Кремний	251,611	Теллур	238,325
Марганец	279,480	Фосфор	253,561
Мышьяк	234,984	Хром	357,868
Никель	341,477	Цинк	334,502
Олово	286,332		

Примечания:

1. Допускается применение других условий проведения анализа и других аналитических линий, обеспечивающих получение метрологических характеристик в соответствии с требованиями настоящего стандарта.
2. Допускается определение магния в анализируемой пробе.

4.4. Построение градуировочных графиков

Для построения градуировочных графиков и установления градуировочных зависимостей используют стандартные образцы для градуировки, приготовленные согласно приложению 1 или стандартные образцы состава меди любой категории. Количество образцов — не менее четырех, массовые доли определяемых элементов в стандартных образцах состава должны охватывать пределы диапазона измерений.

По пп. 4.1 и 4.2 получают спектры от трех таблеток каждого образца и окиси меди (для учета фона), приготовленной по приложению 1, вычисляют среднюю интенсивность спектральной линии определяемого элемента.

При работе на установке МФС-6 градуировочные графики строят в координатах I—C,

где I — интенсивность спектральной линии, показания цифрового милливольтметра;

C — массовая доля определяемого элемента в СО, %.

С помощью ячеек установка МФС-6 может быть отградуирована согласно инструкции по эксплуатации с получением на цифровом милливольтметре результатов измерения в процентах содержания.

При работе на установке МФС-8 значения массовой доли элемента в стандартных образцах состава и соответствующие им средние интенсивности спектральных линий вводят в ЭВМ.

ЭВМ формирует уравнение градуировочной зависимости

$$C=K_1 I^0+K, \qquad (1)$$

где C — массовая доля элемента, %;

K_1, K — коэффициенты регрессии, определяемые методом наименьших квадратов для каждого элемента;

I° — интенсивность спектральной линии.

После установления градуировочной зависимости определяют массовую долю элемента в каждой из трех таблеток и оценивают возможность усреднения по п. 5.2. При невыполнении условия п. 5.2 измерения повторяют.

Коррекцию графиков проводят ежемесячно по приложению 2.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Расчет массовых долей определяемых элементов (в процентах) проводят с помощью градуировочного графика при ручной обработке или по уравнению этого графика при обработке на ЭВМ.

5.2. Результаты измерений трех таблеток, полученных при анализе одной навески меди, усредняют, если крайние результаты измерений (C_{max} и C_{min}) отличаются на величину, не большую чем

$$C_{max}-C_{min}\leqslant 3{,}31a\cdot\overline{C}^{b+1}, \qquad (2)$$

где $\overline{C}$ — среднее значение результатов измерений, %;

a, b — коэффициенты в соответствии с табл. 2.

Допускается исключать максимально отличающийся от среднего значения результат измерения и использовать средний результат измерений двух таблеток при условии

$$C_1-C_2\leqslant 0{,}84(C_{max}-C_{min}). \qquad (3)$$

Допускается использование комплекта графиков в логарифмическом масштабе в координатах $C_{max}-C_{min}=f(C)$.

Среднее арифметическое результатов трех (двух) измерений принимают за результат параллельного определения.

5.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если расхождение между ними при $P=0{,}95$ не превышает абсолютного допускаемого расхождения d_n, рассчитанного по формуле

$$d_n=2{,}77a_1\overline{C}_1^{b_1+1}, \qquad (4)$$

где C_1 — среднее значение результатов двух параллельных определений, %;

a_1, b_1 — коэффициенты в соответствии с табл. 2.

Если расхождение превышает d_n, анализ повторяют из новых навесок той же пробы. В случае повторного расхождения результатов параллельных определений анализируют новую пробу.

5.4. Воспроизводимость результатов первичного и повторного анализов считают удовлетворительной, если расхождение резуль-

татов двух анализов не превышает при $P=0,95$ абсолютного допускаемого расхождения D, рассчитанного по формуле

$$D = 2,77 a_2 \overline{C}_2^{\,b_2+1}, \qquad (5)$$

где $\overline{C}_2$ — среднее арифметическое результатов двух анализов, %;

a_2, b_2 — коэффициенты в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

Определяемый элемент	Коэффициенты					
	a	b	a_1	b_1	a_2	b_2
Висмут	0,0019	—0,31	0,0021	—0,39	0,0015	—0,46
Железо	0,0057	—0,45	0,0052	—0,43	0,0023	—0,57
Кадмий	0,0010	—0,50	0,0027	—0,39	0,0013	—0,52
Кобальт	0,0013	—0,40	0,0011	—0,44	0,0015	—0,46
Кремний	0,00057	—0,73	0,00031	—0,74	0,00047	—0,74
Мышьяк	0,00029	—0,64	0,0023	—0,45	0,0009	—0,57
Никель	0,00084	—0,60	0,0018	—0,44	0,0004	—0,68
Олово	0,00022	—0,62	0,00035	—0,65	0,0023	—0,45
Свинец	0,0014	—0,42	0,0024	—0,4	0,0042	—0,37
Селен	0,0050	—0,43	0,0034	—0,35	0,0006	—0,66
Серебро	0,0054	—0,33	0,001	—0,56	0,0042	—0,41
Сурьма	0,00052	—0,62	0,0045	—0,36	0,00088	—0,61
Теллур	0,00052	—0,62	0,0013	—0,53	0,0006	—0,63
Фосфор	0,00015	—0,90	0,0012	—0,52	0,00014	—0,9
Хром	0,00067	—0,57	0,00013	—0,86	0,00093	—0,57
Цинк	0,00052	—0,62	0,00091	—0,53	0,0011	—0,58
Марганец	0,00036	—0,58	0,00029	—0,58	0,00045	—0,58

5.5. Контроль точности результатов анализа проводят по СО меди любой категории не реже одного раза в месяц путем воспроизведения массовой доли определяемого элемента в СО из двух параллельных определений.

Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений в СО принимают за воспроизведенное значение массовой доли определяемого элемента, если расхождение не превышает d, вычисленного по формуле (4).

Результаты анализа меди считают удовлетворяющими требуемой точности, если воспроизведенное значение массовой доли определяемого элемента отличается от аттестованного не более чем на 0,71 D, вычисленного по формуле (5).

Если это условие не выполняется, то проведение анализа прекращают до выяснения и устранения причин, вызвавших наблюдаемое отклонение.

Допускается проверка точности другими методами, имеющими погрешность, не превышающую погрешность контролируемой методики.

Результаты анализа меди считают удовлетворяющими требуемой точности, если выполняется условие

$$C_{\text{спектр}} - C_{\text{контр}} \leqslant 0{,}71\sqrt{D_1^2 + D_2^2},$$

где $C_{\text{спектр}} - C_{\text{контр}}$ — результаты анализа контролируемой и контрольной методик;

D_1 и D_2 — допускаемые расхождения двух анализов, регламентированные контролируемой и контрольной методиками.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Рекомендуемое

ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ГРАДУИРОВКИ

Стандартные образцы представляют собой порошки оксида меди, полученные путем растворения чистой основы в азотной кислоте, введения дозируемых добавок растворов примесей, последующего выпаривания и термического разложения смеси нитратов.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Весы аналитические любого типа 2-го класса точности с погрешностью взвешивания по ГОСТ 24104.

Электропечь камерная любого типа с температурой нагрева до 800 °С.

Стаканы, конические колбы по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2—250—2, 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Чаши, ступки фарфоровые по ГОСТ 9147, или ступка агатовая, или яшмовая.

Банки полиэтиленовые, фторопластовые, с завинчивающимися крышками или бюксы по ГОСТ 25336.

Чаши кварцевые по ГОСТ 19908.

Бюретка по ГОСТ 20292.

Пипетки 1—2—1,2; 6(7)—2—5, 10, 25 по ГОСТ 20292.

Железо карбонильное особо чистое.

Висмут по ГОСТ 10928.

Медь марки М00к по ГОСТ 859.

Олово по ГОСТ 860.

Кадмий марки Кд0 по ГОСТ 1467.

Никель марки Н 1у по ГОСТ 849.

Серебро по ГОСТ 6836.

Кобальт марки К 0 по ГОСТ 123.

Натрий кремнекислый мета 9-водный или тетраэтоксисилан.

Хром марки Х99Б по ГОСТ 5905.

Марганец металлический по ГОСТ 6008.

Свинец азотнокислый (П) по ГОСТ 4236, перекристаллизованный, или свинец по ГОСТ 3778.

Фосфор по ГОСТ 8655.

Теллур по нормативно-технической документации.

Селен по нормативно-технической документации.

Цинк по ГОСТ 3640.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 (перегнанная в кварцевом аппарате) или кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125, и разбавленная 1:1, 2:1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 20 г/дм^3.

Кислота винная по ГОСТ 5817.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180.

Гидроксид натрия по ГОСТ 4328, раствор 100 г/дм^3.

Мышьяк металлический.

Вода деионизированная, полученная пропусканием дистиллированной воды через ионообменную колонку с катионитом, или вода бидистиллированная, полученная перегонкой в кварцевом аппарате.

Сурьма марки Су00 по ГОСТ 1089.

2. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРОВ ПРИМЕСЕЙ

2.1. Каждую навеску массой 0,6250 г никеля, кобальта, железа, цинка, свинца, висмута, кадмия, мышьяка, фосфора, серебра, селена, теллура растворяют в 25 см^3 азотной кислоты в отдельных стаканах вместимостью 250 см^3, растворы переводят в мерные колбы вместимостью 250 см^3 и доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:1.

1 см^3 каждого раствора содержит 2,5 мг каждой из вышеуказанной примеси.

2.2. Навеску хрома массой 0,6250 г растворяют в 20—30 см^3 соляной кислоты на кипящей водяной бане. Затем раствор упаривают до сухих солей. К сухим солям добавляют 5—10 см^3 азотной кислоты и растворы упаривают до влажных солей. Операцию обработки солей азотной кислотой повторяют еще три раза, каждый раз выпаривая до влажных солей. Затем приливают 100 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, помещают полученный раствор в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:1.

От полученного раствора отбирают пробу 10—20 см^3 и помещают в стакан вместимостью 50 см^3 для проверки на присутствие хлориона с помощью раствора азотнокислого серебра. Если в растворе обнаружено присутствие хлориона, операцию повторяют.

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

2.3. Навеску олова массой 0,6250 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 5 г щавелевой кислоты, а затем 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 2:1, и выдерживают без нагревания до растворения навески. Переводят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 2:1.

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

2.4. Навеску сурьмы массой 0,6250 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 4 г винной кислоты, а затем растворяют в избытке горячей азотной кислоты при кипячении. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и доводят до метки азотной кислотой, разбавленной 1:1.

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

2.5. Навеску кремнекислого натрия массой 1,0117 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в 5—7 см^3 воды, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:2, или навеску тетраэтоксисилана массой 0,7418 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в этиловом спирте, доливают до метки этиловым спиртом, перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 1 мг кремния.

2.6. Навеску мышьяка, предварительно очищенного от оксидной пленки, массой 0,6250 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 125—150 см^3 кипящей азотной кислоты, растворяют при нагревании. Раствор охлаждают, пе-

реводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:1, и перемешивают

1 см³ раствора содержит 2,5 мг мышьяка.

2.7. Навеску азотнокислого свинца массой 0,9988 г помещают в мерную колбу вместимостью 250 см², растворяют в 10—15 см³ воды, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:1, перемешивают.

1 см³ раствора содержит 2,5 мг свинца.

3. ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ

3.1. Приготовление растворов 1—4

Раствор 1: в мерную колбу вместимостью 250 см³ помещают пипетками по 10 см³ азотнокислых растворов олова, кобальта, марганца, висмута, кадмия, мышьяка, теллура, хрома, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:1, перемешивают.

1 см³ раствора 1 содержит по 0,1 мг олова, кобальта, марганца, висмута, кадмия, мышьяка, теллура, хрома.

Раствор 2: в мерную колбу вместимостью 250 см³ помещают пипетками по 10 см³ азотнокислых растворов свинца, никеля, сурьмы, цинка, селена, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:1, перемешивают.

1 см² раствора 2 содержит по 0,1 мг свинца, никеля, сурьмы, цинка, селена.

Раствор 3: в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают пипетками по 20 см³ азотнокислых растворов фосфора, железа и серебра, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:1, перемешивают.

1 см³ раствора 3 содержит по 0,5 мг фосфора, железа и серебра.

Раствор 4: 10 см³ раствора кремнекислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:2, перемешивают или 10 см³ спиртового раствора тетраэтоксисилана помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки спиртом, перемешивают.

1 см³ раствора 4 содержит 0,1 мг кремния.

3.2. Приготовление растворов меди

В пять стаканов вместимостью 2000 см³ помещают по 200 г меди, приливают азотную кислоту, разбавленную 1:1, из расчета 7—8 см³ кислоты на 1 г меди, растворяют при нагревании.

3.3. Рассчитанные объемы растворов 1—4 в соответствии с табл. 3 вводят в четыре стакана с растворами меди.

Таблица 3

Стакан	Раствор	Объем раствора, см³	Стакан	Раствор	Объем раствора, см³
1	1	1	1	3	2
2	1	2	2	3	4
3	1	4	3	3	8
4	1	10	4	3	10
1	2	2	1	4	2
2	2	10	2	4	10
3	2	20	3	4	20
4	2	40	4	4	40

Полученные растворы выпаривают в кварцевых чашах до сухих солей, соли прокаливают в камерной печи при температуре 600—650 °С до полного разложения нитратов и удаления оксидов азота.

Смеси оксидов растирают в ступке или измельчают любым способом, исключающим загрязнение материала СО определяемыми элементами.

Массовые доли элементов в СО — в соответствии с табл. 4.

Таблица 4

Обозначение СО	Массовая доля, % к меди			
	кобальта, марганца, олова, висмута, мышьяка, хрома, теллура, кадмия	селена, никеля, свинца, сурьмы, цинка	фосфора, железа, серебра	кремния
СО-1	0,00005	0,0001	0,0005	0,0001
СО-2	0,0001	0,0005	0,0010	0,0005
СО-3	0,0002	0,0010	0,0020	0,0010
СО-4	0,0005	0,0020	0,0025	0,0020

СО и оксид меди без примесей хранят в стеклянных или полиэтиленовых банках с завинчивающимися крышками. Способ хранения должен исключать возможность загрязнения и увлажнения СО. Срок действия СО при соблюдении условий хранения 5 лет.

Допускается изменение массы навесок меди и примесей в зависимости от потребности в стандартных образцах и массовой доли примесей в зависимости от состава анализируемых проб с соответствующим пересчетом.

3.4. Значения аттестованных элементов в СО меди определяют по процедуре приготовления.

Погрешность за счет установления аттестованных характеристик не превышает 5 % при доверительной вероятности $P=0,95$.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое

КОРРЕКЦИЯ ГРАДУИРОВОЧНЫХ ГРАФИКОВ

1. Коррекция графика на установке МФС-8

Для коррекции графика измеряют интенсивности спектральной линии определяемого элемента в СО для градуировки или в двух контрольных пробах с максимальной и минимальной массовыми долями элемента.

Вводят в ЭВМ измеренные интенсивности.

ЭВМ рассчитывает коэффициенты коррекции по формулам

$$\alpha=\frac{I_1^0-I_2^0}{I_1-I_2} \qquad 0,7\leqslant\alpha\leqslant 1,5; \tag{7}$$

$$\beta=\frac{I_1^0\cdot I_2-I_1\cdot I_2^0}{I_2-I_1} \qquad \beta<0,2\frac{K}{K_1}\ , \tag{8}$$

где I_1^0, I_2^0 — интенсивности спектральной линии элемента в двух СО, измеренные при градуировке;

I_1, I_2 — интенсивности спектральной линии элемента, измеренные при коррекции;

K_1, K — коэффициенты по формуле (1).

Если неравенства для коэффициентов α и β не выполняются, то производят настройку установки.

Уравнение градуировочной зависимости с учетом коэффициентов коррекции имеет вид

$$C=\alpha K_1 I_1+K_1\beta+K. \qquad (9)$$

2. Коррекция графика на установке МФС-6

Коррекцию графика производят согласно инструкции по эксплуатации.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

ИСПОЛНИТЕЛИ

Б. М. Рогов, Э. Н. Гадзалов, И. И. Лебедь, А. Б. Коротин, Г. В. Осипова, В. В. Подшивалов, В. И. Петровичева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.12.88 № 4443.**

3. **Срок первой проверки — 1994 г.**
Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ:**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, приложения
ГОСТ 123—78	Приложение 1
ГОСТ 334—73	Разд. 2
ГОСТ 849—70	Приложение 1
ГОСТ 859—78	Приложение 1
ГОСТ 860—75	Приложение 1
ГОСТ 1277—75	Приложение 1
ГОСТ 1467—75	Приложение 1
ГОСТ 1770—74	Приложение 1
ГОСТ 3778—72	Приложение 1
ГОСТ 4236—77	Приложение 1
ГОСТ 3640—79	Приложение 1
ГОСТ 8655—79	Приложение 1
ГОСТ 4328—77	Приложение 1
ГОСТ 4461—77	Разд. 2, приложение 1
ГОСТ 5072—79	Разд. 2
ГОСТ 5556—81	Разд 2
ГОСТ 5817—77	Приложение 1
ГОСТ 5905—77	Приложение 1
ГОСТ 6008—82	Приложение 1
ГОСТ 6709—72	Разд. 2
ГОСТ 6836—77	Приложение 1
ГОСТ 9147—80	Разд. 2, приложение 1
ГОСТ 10928—75	Приложение 1
ГОСТ 11125—84	Разд. 2, приложение 1
ГОСТ 18300—87	Разд. 2, приложение 1
ГОСТ 19908—80	Разд. 2, приложение 1
ГОСТ 20292—74	Приложение 1
ГОСТ 20298—74	Разд. 2, приложение 1
ГОСТ 22180—76	Приложение 1
ГОСТ 24104—88	Разд. 2, приложение 1
ГОСТ 25336—82	Разд. 2, приложение 1
ГОСТ 27981.0—88	1.1

gost.e-ecolog.ru