

# Изменение № 3 ГОСТ 8776—79 Кобальт. Метод спектрального анализа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 24.11.89 № 3441

Дата введения 01.07.90

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения примесей в кобальте по ГОСТ 123—78 и кобальтовом порошке по ГОСТ 9721—79 в массовых долях, %:

алюминий	. . . . .	0.0005—0,1
висмут	. . . . .	0.00005—0,001
железо	. . . . .	0,002—1,0
кремний	. . . . .	0.0005—0,3
кадмий	. . . . .	0.0001—0,01
марганец	. . . . .	0.0001—0,3
медь	. . . . .	0.00005—0,3
мышьяк	. . . . .	0,0003—0,01
магний	. . . . .	0.0001—0,005
никель	. . . . .	0,002—1,0
олово	. . . . .	0.00005—0,005
сурьма	. . . . .	0.0001—0,01
свинец	. . . . .	0.0001—0,01
фосфор	. . . . .	0.0003—0,005
цинк	. . . . .	0,0003—0,01

Метод основан на возбуждении спектра в глобульной дуге постоянного тока с последующей его регистрацией или фотографическим способом на спектрографе, или фотоэлектрическим способом с помощью фотоэлектрической установки и использовании зависимости интенсивности спектральных линий примесей от их массовых долей в пробе.

Анализируемые пробы предварительно окисляют растворением металла в азотной кислоте и термическим разложением солей до оксида кобальта.

Порошковые оксидные пробы и стандартные образцы (СО) таблетуют и на графитовых подставках вводят в дугу постоянного тока».

Раздел 1 изложить в новой редакции:

## «1. Общие требования

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—87.

1.2. Отбор и подготовку проб для анализа кобальта проводят по ГОСТ 123—78, для анализа кобальтового порошка — по ГОСТ 23148—78.

1.3. Анализ проводят на двух навесках каждой пробы. Из каждой навески готовят три таблетки для получения значения трех параллельных измерений. За результат определения принимают среднее арифметическое трех параллельных измерений. За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

Усреднение проводят при получении значений, полученных в пределах допустимых расхождений, при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и нормируемый показатель точности анализа. При составлении документа о качестве на готовую продукцию числовое значение результата анализа округляют до последнего знака, указанного для определяемого элемента в стандарте на продукцию.

1.4. Контроль точности результатов осуществляют по ГОСТ 25086—87 не реже одного раза в квартал».

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрограф или многоканальная фотоэлектрическая установка (квантометр) для ультрафиолетовой области спектра с обратной линейной дисперсией не более 0,6 нм/мм»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Пресс, обеспечивающий усилие, достаточное для таблетирования порошка оксида кобальта»;

седьмой — десятый абзацы изложить в новой редакции: «Чашки выпарительные или тигли кварцевого стекла по ГОСТ 19908—80 для растворения и выпаривания проб. Для растворения допускается применять колбы и стаканы из термически устойчивого стекла. Для выпаривания, за исключением анализа кобальта марки КО и кобальтового порошка, допускается применять чашки фарфоровые.

Стандартные образцы (СО), утвержденные в установленном порядке. Способ изготовления синтетических СО для градуировки и синтетических примесей (СС) для контроля точности приведен в приложении 1.

Угольные электроды марок ОСЧ, С-2, С-3 в качестве верхних электродов и угольные или графитовые электроды диаметром 6—10 мм в качестве подставок»;

двенадцатый абзац изложить в новой редакции: «Фотопластинки спектротрафические типов 1, 2, 3, ЭС, микро, УФШ или другие контрастные фотопластинки»;

дополнить абзацем (после двадцатого): «Кислота соляная по ГОСТ 3118—77»;

заменить слова и ссылку: «ректификованный высшей очистки по ГОСТ 5962—67» на «технический ректификованный по ГОСТ 18300—87»; ГОСТ 25564—82 на ГОСТ 25664—83.

Пункт 3.1 дополнить словами: «Для удаления механических загрязнений, вносимых при измельчении, пробы металлического кобальта марки КО перед растворением обрабатывают соляной кислотой, разбавленной 1:2, затем раствор сливают и пробу промывают несколько раз дистиллированной водой».

Пункт 3.2 изложить в новой редакции: «3.2. От каждого полученного оксидного порошка отбирают три навески массой 0,20—1,00 г и таблетуют. Таким же образом готовят к анализу СО».

Пункт 4.2 исключить.

Пункт 4.3.1. Первый абзац после слова «цинка» дополнить словами: «и фосфора»; после слов «по линии 228,8 нм» дополнить словами: «фосфора по линии 213,62 нм и 214,91 нм».

Раздел 5 изложить в новой редакции:

### «5. Обработка результатов

5.1. В спектрах проб и СО измеряют интенсивность аналитических линий примесей и линий сравнения кобальта.

Рекомендуемые аналитические линии, диапазон определяемых массовых долей и относительные средние квадратические отклонения (СКО) единичных измерений приведены в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Диапазон определяемых массовых долей	Относительное СКО среднего значения единичных измерений, %
Алюминий	309,27	0,0005—0,01	0,15
	257,51	0,01—0,1	0,15
Висмут	306,77	0,00005—0,001	0,15
Железо	271,90	0,002—0,01	0,10
	296,69	0,002—0,03	0,10
	295,39	0,01—0,3	0,10
	296,53	0,05—1,0	0,10
Кремний	288,16	0,0005—0,01	0,15
	251,92	0,005—0,3	0,15
Кадмий	228,80	0,0001—0,0003	0,15
	326,11	0,0003—0,005	0,15

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Диапазон определяемых массовых долей, %	Относительное СКО сходимости единичных измерений $S_r$
Марганец	279,48	0,0001—0,005	0,10
	257,61	0,005—0,05	0,10
	293,31	0,01—0,3	0,10
Медь	324,75	0,00005—0,005	0,15
	296,12	0,005—0,3	0,15
	249,20	0,005—0,3	0,15
Мышьяк	234,98	0,0003—0,01	0,15
	286,04	0,0005—0,01	0,15
Магний	280,27	0,0001—0,005	0,15
Никель	300,36	0,002—0,02 0,002—0,05 0,05—0,5 0,1—1,0	0,10 0,10 0,10 0,10
	300,25		
	310,19		
	282,13		
	318,44		
Олово	284,00	0,00005—0,005	0,10
	286,33	0,0001—0,005	0,10
	326,23	0,0005—0,005	0,10
Сурьма	259,81	0,0001—0,01	0,10
	206,83	0,0001—0,01	0,10
Свинец	283,31	0,0001—0,005	0,10
	287,33	0,001—0,01	0,10
Цинк	330,26	0,0003—0,01	0,10
Фосфор	213,62	0,0003—0,005	0,10
	214,91	0,0003—0,005	0,10
Кобальт — линия внутреннего стандарта	257,89 278,59 278,70 297,55	Основа	—

Допускается использование других аналитических линий, если они обеспечивают определение требуемого диапазона массовых долей с точностью, установленной данным стандартом.

5.2. При фотографической регистрации спектра в спектрограммах проб и СО измеряют почернения аналитических линий определяемых элементов и линий сравнения. При фотометрировании выбирают ступень спектрограммы с оптимальными почернениями аналитических линий. По измеренным значениям почернений вычисляют разность почернений  $\Delta S$  и усредняют эти величины по трем параллельным спектрограммам, получая  $\overline{\Delta S}$  для каждого СО и каждой навески пробы.

Градуировочные графики строят в координатах  $\Delta S - \lg C$ , где  $C$  — массовая доля определяемого элемента, %.

По значениям  $\overline{\Delta S}$  для анализируемых проб находят массовые доли определяемых элементов по соответствующим градуировочным графикам.

Усреднению подлежат значения, удовлетворяющие условию

$$(C_{\text{макс}} - C_{\text{мин}}) \leq 3,31 \cdot S_r \cdot \overline{C} , \quad (1)$$

где

$C_{\text{макс}}$ ,  $C_{\text{мин}}$ ,  $C$  — массовые доли определяемого элемента, соответствующие наибольшему, наименьшему и среднему значениям  $\Delta S$ ;

$S_r$  — относительное СКО сходимости единичных измерений, приведенное в табл. 1.

Если это условие не выполняется, допускается исключение наиболее удаленного значения  $\Delta S$  и усреднение двух оставшихся при соблюдении условия

$$(C_{\text{макс}} - C_{\text{мин}}) \leq 2,77 \cdot S_r \cdot \overline{C} . \quad (2)$$

Если условие не выполняется и в этом случае, съемку спектрограмм повторяют из новых таблеток того же порошка оксида кобальта.

5.3. При фотоэлектрической регистрации спектра аналитические линии определяемых элементов выбирают в соответствии с табл. 1 в зависимости от массовых долей элементов в пробах и возможностей размещения выходных щелей на каретках фотоэлектрической установки.

Полученные значения сигналов аналитических линий определяемых элементов для трех параллельных измерений усредняют, получая  $\overline{n}$  для каждого СО и каждой навески пробы.

По усредненным значениям  $\overline{n}$  для стандартных образцов строят градуировочные графики в координатах  $n$ - $C$  или  $\lg n$ — $\lg C$ , где  $C$  — массовая доля определяемого элемента, %.

Усреднению подлежат значения  $n$ , расхождения которых не превышают допустимые значения согласно формулам 1 и 2.

Если расхождения между крайними значениями трех измерений превышают допустимое, измерения повторяют на новых таблетках, используя тот же порошок оксида кобальта.

При работе по твердому графику возможное смещение (дрейф) градуировочных зависимостей контролируют один раз в смену по усредненным результатам трех параллельных измерений не менее чем для двух СО или контрольных проб, вблизи верхнего и нижнего пределов диапазона измерений.

Дрейф графика считается значимым, если не выполняется условие

$$\overline{n} - \overline{n}_0 \leq \frac{S_r}{3} \cdot \overline{n}_0 , \quad (3)$$

где  $\overline{n}_0$  — среднее арифметическое значение аналитического сигнала для СО в условиях, при которых выполнялась градуировка.

В случае значимого дрейфа проверку повторяют.

Если при повторных измерениях смещение превышает допустимое, осуществляют корректировку градуировочной зависимости регулировкой параметров установки или получают новую градуировочную зависимость.

По значениям  $\overline{n}$  для анализируемых проб находят содержание определяемых элементов по соответствующим градуировочным зависимостям.

5.4. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений по двум независимым навескам анализируемой пробы. Допускаемое расхождение ( $d$ ) результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать значения:

$$d = 2,77 \cdot S_{\text{сх}} , \quad (4)$$

где  $S_{\text{сх}}$  — СКО сходимости параллельных определений, определяемое по формулам

$$\lg S_{cx} = \lg a + b \lg C \quad (5)$$

или

$$S_{cx} = a \cdot c^b \quad (6)$$

Значения коэффициентов  $a$  и  $b$  приведены в табл. 2.

Таблица 2

Определяемый элемент	$a$	$\lg a$	$b$
Никель Марганец	0,045	— 1,35	0,9
Железо Медь	0,08	— 1,12	0,9
Алюминий Магний Кремний	0,10	— 1,00	0,9
Олово Сурьма Цинк Свинец Висмут Фосфор	0,06	— 1,22	0,9
Мышьяк	0,08	— 1,12	0,9
Кадмий	0,08	— 1,12	0,9

При расхождении параллельных определений более допускаемого анализ повторяют, выполняя его из новых навесок анализируемой пробы. Если при проведении повторного анализа расхождение параллельных определений снова превышает допускаемое, проба бракуется и заменяется новой. Результат повторного анализа является окончательным.

Расхождение двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных в разных лабораториях или при повторном анализе в одной лаборатории,  $D$  (показатель воспроизводимости) не должно превышать допустимое при доверительной вероятности  $P=0,95$ , вычисленное по формулам:

$$D = 2,77 \cdot S_{b,c};$$

$$S_{b,c} = \frac{K \cdot S_{cx}}{\sqrt{n}}, \quad (7)$$

где  $S_{b,c}$  — СКО воспроизводимости результата анализа;

$n$  — число параллельных определений, усреднением которых получают результат анализа;

$K$  — численный коэффициент соотношения  $S_b/S_{cx}$ , равный 2.

Допускаемые расхождения двух параллельных определений и двух результатов анализа для норм примесей, регламентируемых ГОСТ 123—78 и ГОСТ 9721—79, приведены в приложении 2.

#### 5.5. Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа осуществляют в соответствии с ГОСТ 25086—87 с помощью стандартных образцов (СО) состава любой кате-

горни, синтетических смесей (СС), по методу добавок или сравнением результатов анализа одной и той же пробы данным методом с результатами анализа, полученными по ГОСТ 741.1-80 — ГОСТ 741.18-80 или другой методике, аттестованной по ГОСТ 8.505—84 и имеющей погрешность, не превышающую погрешность данного метода.

Массовая доля определяемого элемента в СО или СС для проверки точности не должна отличаться от массовой доли элемента в анализируемой пробе более чем в два раза.

Способ приготовления СС приведен в приложении 1.

Контроль точности осуществляют воспроизведением содержания определяемого элемента в СО или СС.

Содержание определяемого элемента в СО или СС находят из двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать значений, приведенных в формуле 4.

Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений, удовлетворяющих этому условию, принимают за воспроизведенное содержание определяемого элемента.

Результаты анализа считаются точными, если воспроизведенное содержание элемента в СО или СС отличается от его аттестованной характеристики не более чем на  $0,71 D$ .

При контроле точности результатов анализа методом стандартных добавок к анализируемой пробе перед растворением добавляется известный объем стандартного раствора примеси. Массовая доля примеси в стандартной добавке должна приблизительно соответствовать массовой доле примеси в анализируемой пробе. Проба со стандартной добавкой через весь ход анализа одновременно с анализируемыми пробами из двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать допустимое по формуле 4.

Найденную величину добавки рассчитывают как разность между результатами анализа пробы с добавкой и без добавки. Результаты анализа считают точными, если найденная величина добавки отличается от введенного содержания не более чем на  $0,71 \cdot \sqrt{D_{c_1}^2 + D_{c_2}^2}$ , где  $D_{c_1}$  и  $D_{c_2}$  — допустимые расхождения результатов параллельных определений примеси в пробе и пробе с добавкой, %.

При контроле точности сопоставлением результатов анализа с результатами анализа проб, полученными другими методами, результаты анализа считаются точными, если разница между результатами анализа по разным методам не превышает  $0,71 \cdot \sqrt{D_1^2 + D_2^2}$ , где  $D_1$  и  $D_2$  — допустимые расхождения результатов анализа, регламентируемые в данном и контрольном методе анализа, %.

Если при контроле точности получаются неудовлетворительные результаты, проверку повторяют.

При неудовлетворительной повторной проверке проведение анализа по данному методу прекращают до выяснения и устранения причин, вызвавших наблюдаемое отклонение.

В случае, если проверка точности показывает незначимость систематической составляющей погрешности, показатель точности результата анализа  $\Delta$  характеризуется воспроизводимостью и определяется из соотношения

$$\Delta = \frac{U_p \cdot D}{2,77}, \quad (8)$$

где  $U_p$  — квантиль нормированной функции нормального распределения, равный 1,64 для односторонней доверительной вероятности  $P=0,95$ .

Числовые значения нормированных показателей точности для норм содержаний примесей в кобальтсвой прдукции приведены в приложении 2».

(Продолжение см. с. 111)

**Приготовление градуировочных стандартных образцов  
и синтетических смесей**

СО для градуировки и СС представляют собой порошки оксида кобальта с введенными добавками определяемых элементов, полученные путем растворения чистой основы (кобальта) в азотной кислоте, введения дозируемых добавок растворов примесей и последующего выпаривания и термического разложения смеси нитратов.

Состав СО для градуировки определяется маркой анализируемой продукции. СС по химическому составу и физическим свойствам должны быть адекватны анализируемым пробам, поэтому их состав должен соответствовать составу анализируемой продукции, а условия приготовления полностью тождественны условиям подготовки проб к анализу. Аттестацию СО и СС проводят по процедуре приготовления (по расчету)\*.

**1. Аппаратура, материалы и реактивы**

Печь муфельная любого типа, позволяющая получать и поддерживать температуру 800—850 °С.

Весы аналитические на 200 г с разновесами.

Аппарат для бидистилляции воды.

Прибор для перегонки азотной кислоты.

Ступка агатовая или яшмовая.

Чашки выпарительные кварцевого стекла по ГОСТ 19908—80 или из стеклоуглерода.

Кислота азотная х. ч. по ГОСТ 4461—77 или особо чистая по ГОСТ 11125—84 или ч. д. а. по ГОСТ 4461—77, перегнанная в кварцевом аппарате.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77.

Спирт этиловый технический ректификованный высшей очистки по ГОСТ 18300—87.

Никель марки Н-0 по ГОСТ 849—70 или никелевый порошок марки ПНК-0 по ГОСТ 9722—79.

Кобальт марки КО по ГОСТ 123—78.

Медь катодная марки МООК по ГОСТ 546—88.

Железо водсегановленное (порошок) по ГОСТ 9849—86.

Магний металлический по ГОСТ 804—72.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Тетраэтоксилан.

Миррамед металлический по ГОСТ 6008—82.

Алюминий порошок по ГОСТ 5494—71.

Цинк по ГОСТ 3640—79.

Свинец по ГОСТ 3778—77.

Висмут по ГОСТ 10928—75.

Олово по ГОСТ 860—75.

Кадмий по ГОСТ 1467—77.

Мышьяк.

Сурьма по ГОСТ 1089—82.

Фосфор красный технический по ГОСТ 8655—75.

\* При приготовлении образцов для спектрального анализа кобальта марки КО учет исключается загрязнения основы железом и никелем проводят другим стандартизированным методом или по методу добавок.

Допускается использовать вместо чистых металлов их оксиды или нитраты известного стабильного состава.

## 2. Подготовка стандартных образцов и синтетических смесей

Навеску кобальта растворяют в азотной кислоте (1:1) при умеренном нагревании: расход кислоты 8—10 см<sup>3</sup> на 1 г металла.

Стандартные растворы примесей готовят растворением чистых металлов в азотной кислоте.

Навески никеля, железа, меди, марганца, магния, алюминия, цинка, свинца, висмута, кадмия, фосфора растворяют при нагревании в азотной кислоте (1:1), сурьму растворяют с добавлением винной кислоты, мышьяк растворяют в концентрированной горячей азотной кислоте. Растворы примесей охлаждают, переводят в мерные колбы и доводят до требуемого объема дистиллированной водой или разбавленной азотной кислотой.

Навеску олова растворяют в концентрированной серной кислоте и доводят до требуемого объема разбавленной серной кислотой (1:2).

Расчитанные объемы примесей вводят в кобальтовый раствор. Дозировку растворов примесей осуществляют с помощью бюретки.

Кремний вводят в виде растертого порошка диоксида кремния (размер частиц порошка должен быть не более 74 мкм) или в виде спиртового раствора тетраэтоксисилана.

Полученные стандартные растворы выпаривают в кварцевых чашках до сухих солей, а соли прокаливают в муфельной печи при температуре 800—850 °С до полного разложения солей и удаления оксидов азота.

Время прокаливания зависит от массы приготавливаемого СО и например, для 100 г кобальта составляет не менее часа.

Образующиеся смеси оксидов растирают в ступке или измельчают любым способом, исключая загрязнение материала определяемыми элементами. Полученные измельченные и усредненные порошки оксидов кобальта после аттестации по расчету и утверждения используют при проведении анализа.

Погрешность аттестации характеризуется полушириной доверительного интервала и при доверительной вероятности  $P=0,95$  не превышает 5 % от аттестованной характеристики.

СО хранят в стеклянных или полиэтиленовых банках с завинчивающимися крышками. Способ хранения должен исключать возможность загрязнения и увлажнения материала.

Срок действия СО при соблюдении условий хранения 10 лет.

## 3. Примеры расчета дозированных добавок при приготовлении градуировочных СО и СС

3.1. Расчет дозированных добавок для приготовления комплекта градуировочных СО

Пример приготовления градуировочных СО приведен из расчета синтеза комплекта, состоящего из пяти образцов для определения примесей в кобальте марок К1Ау, К1А, К1, К2 и кобальтовом порошке марки ПК-1у. Рекомендуемый состав СО приведен в табл. 3.

В табл. 4 приведены концентрации стандартных растворов вводимых элементов и требуемые объемы этих растворов на 100 г кобальта, предварительно растворенного в азотной кислоте, для воспроизведения состава, приведенного в табл. 3.



Таблица 3

Определяемый элемент	Массовая доля элемента в образце, % к кобальту				
	1	2	3	4	5
Алюминий	0,01	0,02	0,05	0,1	0,3
Висмут	0,0001	0,0002	0,0005	0,001	—
Железо	0,05	0,1	0,2	0,5	1,0
Кремний	0,01	0,02	0,05	0,1	0,3
Кадмий	0,0003	0,0005	0,001	0,003	—
Марганец	0,01	0,03	0,07	0,1	0,2
Медь	0,01	0,02	0,03	0,05	0,1
Сурьма	0,0005	0,001	0,003	0,005	0,01
Мышьяк	0,0005	0,001	0,003	0,005	0,01
Никель	0,05	0,1	0,3	0,5	1,0
Олово	0,0002	0,0004	0,001	0,002	—
Свинец	0,0001	0,0003	0,0005	0,001	0,002
Цинк	0,0005	0,001	0,002	0,005	0,01
Фосфор	0,0005	0,001	0,002	0,005	0,01

Таблица 4

Массовая доля элемента в СО, % к кобальту	Массовая концентрация раствора, г/см <sup>3</sup>	Объем вводимого раствора на 100 г основы, см <sup>3</sup>
0,0001	0,00002	5
0,0002	0,00002	10
0,0003	0,00002	15
0,0005	0,00002	25
0,001	0,0002	5
0,002	0,0002	10
0,003	0,0002	15
0,005	0,0002	25
0,01	0,002	5
0,02	0,002	10
0,03	0,002	15
0,05	0,002	25
0,1	0,02	5
0,2	0,02	10
0,3	0,02	15
0,5	0,02	25

Исходный раствор с массовой концентрацией 0,02 г/см<sup>3</sup> готовят, растворяя навеску металла или другого реактива в азотной кислоте. Навеска должна быть не менее 0,5 г.

3.2. Расчет дозированных добавок для приготовления СС

Синтез СС для проверки точности проводят, пользуясь той же лабораторной посудой, оборудованием и приспособлениями и в тех же условиях, что и при подготовке к анализу производственных проб. Поэтому количество приготавливаемой СС не должно сильно отличаться от навесок проб, используемых для анализа.

Пример приведен из расчета синтеза СС двух составов массой 20 г каждый для контроля точности определения примесей в кобальте марки К1Ау, К1А, К1 (СС-1) и кобальтовом порошке марки ПК-1у (СС-2).

Рекомендуемый состав смесей для проверки точности и вводимые добавки в расчете на 20 г кобальта приведены в табл. 5.

Таблица 5

Номер образца	Определяемый элемент	Массовая доля элемента в СС, % к кобальту	Вводимая добавка на 20 г кобальта, г	Массовая концентрация используемого раствора, г/см <sup>3</sup>	Объем вводимого раствора, см <sup>3</sup>
СС-1	Железо	0,2	0,04	0,005	8
	Никель	0,3	0,06	0,005	12
	Марганец	0,05	0,01	0,001	10
	Медь	0,03	0,006	0,0005	12
	Кремний	0,1	0,02	0,001	20
	Алюминий	0,05	0,01	0,001	10
СС-2	Железо	0,2	0,04	0,005	8
	Никель	0,3	0,06	0,005	12
	Медь	0,02	0,004	0,0005	8
	Кремний	0,03	0,006	0,0005	12

Добавки вводят в раствор, содержащий 20 г кобальта.

Раствор тщательно перемешивают и делят приблизительно на две части. Далее выпаривание и термическое разложение ведут для каждой части независимо, получая для каждого состава две смеси массой порядка 10 г.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2  
Обязательное

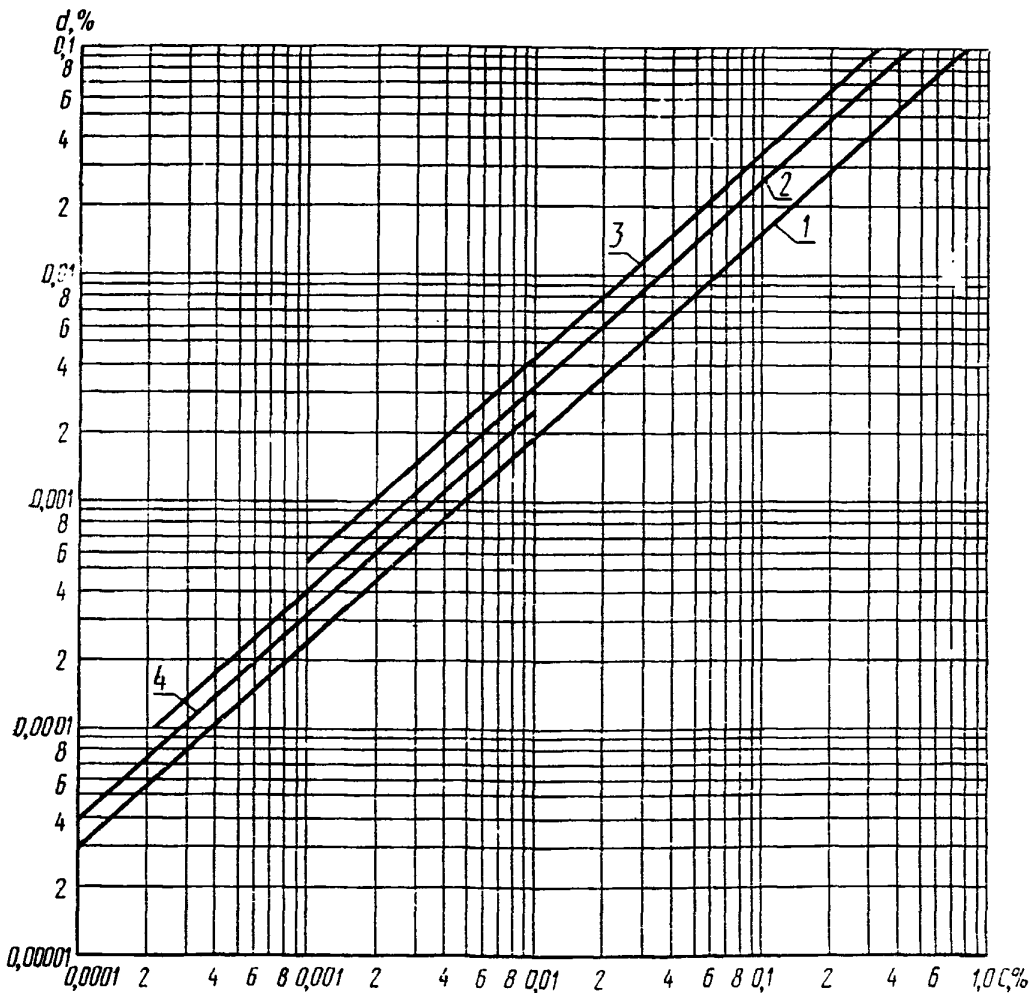
Таблица 6

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения, %		Нормируемый показатель точности результата анализа $\Delta$ , %
		результатов двух параллельных определений $d$	результатов анализа $D$	
Алюминий	0,001	0,0006	0,0008	0,0005
Висмут	0,0002	0,00011	0,00016	0,00010
	0,0004	0,00014	0,00020	0,00012
	0,0005	0,00016	0,00025	0,00015
Железо	0,010	0,0011	0,0016	0,0010
	0,2	0,05	0,07	0,04
	0,5	0,09	0,13	0,08
	0,5	0,11	0,16	0,10
Кремний	0,001	0,0005	0,0008	0,0005
	0,005	0,010	0,014	0,008
	0,01	0,012	0,017	0,010
	0,05	0,019	0,027	0,016

Продолжение табл. 6

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения, %		Нормируемый показатель точности результата анализа $\Delta$ , %
		результатов двух параллельных определений $d$	результатов анализа $D$	
Кадмий	0,0003	0,00014	0,00020	0,00012
	0,001	0,0004	0,0006	0,0004
Марганец	0,0005	0,00013	0,00019	0,00011
	0,03	0,005	0,008	0,005
	0,07	0,011	0,016	0,010
	0,1	0,02	0,02	0,01
Медь	0,001	0,0004	0,0006	0,0004
	0,02	0,006	0,009	0,005
	0,03	0,009	0,013	0,008
	0,04	0,012	0,016	0,010
	0,05	0,014	0,020	0,012
	0,08	0,022	0,031	0,018
	0,10	0,028	0,040	0,023
	Мышьяк	0,0005	0,00022	0,00031
0,001		0,0004	0,0006	0,0004
0,002		0,0008	0,0011	0,0006
0,005		0,0018	0,0025	0,0015
Магний	0,001	0,0006	0,0008	0,0005
Никель	0,005	0,0012	0,0016	0,0010
	0,05	0,008	0,011	0,007
	0,3	0,04	0,06	0,04
	0,4	0,05	0,08	0,05
	0,5	0,07	0,09	0,05
	1,0	0,13	0,18	0,11
Олово	0,0003	0,00011	0,00016	0,00010
	0,0004	0,00014	0,00020	0,00012
	0,001	0,0003	0,0005	0,0003
Сурьма	0,0003	0,00011	0,00016	0,00010
	0,0006	0,00021	0,00030	0,00018
	0,001	0,0003	0,0005	0,0003
Свинец	0,0003	0,00011	0,00016	0,00010
	0,0005	0,00013	0,00025	0,00015
Цинк	0,001	0,0003	0,0005	0,0003
	0,002	0,0006	0,0009	0,0005
	0,003	0,0009	0,0013	0,0008
Фосфор	0,0005	0,00018	0,00025	0,00015
	0,002	0,0006	0,0009	0,0005
	0,003	0,0009	0,0013	0,0008

Зависимость допускаемых расхождений параллельных определений от содержаний определяемых элементов приведена на черт. 3.



1 — никель, марганец; 2 — железо, медь, кадмий, мышьяк; 3 — алюминий, магний, кремний; 4 — олово, сурьма, цинк, свинец, висмут, фосфор

(ИУС № 2 1990 г.)