

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(ISC)

---

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

**ГОСТ**  
**16273.1—**  
**2014**

---

# **СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ**

## **Метод спектрального анализа**

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2015

## Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

### Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 мая 2014 г. № 67-П)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|-----------------------------------------------------|------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|
| Армения                                             | AM                                 | Минэкономразвития Республики Армения                            |
| Беларусь                                            | BY                                 | Госстандарт Республики Беларусь                                 |
| Киргизия                                            | KG                                 | Кыргызстандарт                                                  |
| Россия                                              | RU                                 | Росстандарт                                                     |
| Таджикистан                                         | TJ                                 | Таджикстандарт                                                  |
| Узбекистан                                          | UZ                                 | Узстандарт                                                      |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 ноября 2014 г. № 1775-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 16273.1–2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2015 г.

### 5 ВЗАМЕН ГОСТ 16273.1–85

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет*

© Стандартиформ, 2015

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## СЕЛЕН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод спектрального анализа

Selenium technical.  
Method of spectral analysis

Дата введения — 2015—09—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектральные эмиссионные методы измерений массовой доли меди, железа, свинца, теллура, мышьяка, ртути, алюминия, натрия, сурьмы, кальция, магния, калия, серы, кадмия, никеля в техническом селене в диапазонах массовых долей, представленных в таблице 1.

Таблица 1 В процентах

| Компонент | Диапазон измерений массовых долей компонента                                                            |                                                               |
|-----------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------|
|           | спектральный эмиссионный метод с фотоэлектрической регистрацией спектров с применением анализатора МАЭС | спектральный эмиссионный метод с индуктивно связанной плазмой |
| Медь      | От 0,0002 до 0,010 включ.                                                                               | От 0,0002 до 0,0050 включ.                                    |
| Железо    | От 0,001 до 0,010 включ.                                                                                | От 0,0002 до 0,010 включ.                                     |
| Свинец    | От 0,0005 до 0,20 включ.                                                                                | От 0,0002 до 0,0050 включ.                                    |
| Теллур    | От 0,002 до 0,20 включ.                                                                                 | От 0,0005 до 0,10 включ.                                      |
| Мышьяк    | От 0,001 до 0,20 включ.                                                                                 | От 0,0002 до 0,0050 включ.                                    |
| Ртуть     | От 0,0005 до 0,010 включ.                                                                               | От 0,0005 до 0,010 включ.                                     |
| Алюминий  | От 0,0005 до 0,010 включ.                                                                               | От 0,0002 до 0,0050 включ.                                    |
| Натрий    | -                                                                                                       | От 0,0005 до 0,0050 включ.                                    |
| Сурьма    | -                                                                                                       | От 0,0002 до 0,0050 включ.                                    |
| Кальций   | -                                                                                                       | От 0,0002 до 0,0050 включ.                                    |
| Магний    | -                                                                                                       | От 0,0002 до 0,0050 включ.                                    |
| Калий     | -                                                                                                       | От 0,0002 до 0,0050 включ.                                    |
| Сера      | -                                                                                                       | От 0,0005 до 0,020 включ.                                     |
| Кадмий    | -                                                                                                       | От 0,0002 до 0,0050 включ.                                    |
| Никель    | -                                                                                                       | От 0,0002 до 0,0050 включ.                                    |

Общие требования к методикам измерений, требованиям безопасности, контролю точности результатов измерений в соответствии с ГОСТ 25086, ГОСТ 16273.0.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки.

Общие технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 16273.0–85 Селен технический. Общие требования к методу спектрального анализа

ГОСТ 18300–87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 23463–79 Графит порошковый особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 24104–2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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

ГОСТ 29227–91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные.

Часть 1. Общие требования

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

**П р и м е ч а н и е** — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом, следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 Спектральный эмиссионный метод с фотоэлектрической регистрацией спектров

#### 3.1 Область применения

В настоящем разделе установлен спектральный эмиссионный метод измерений с фотоэлектрической регистрацией спектра массовой доли меди, железа, свинца, теллура, мышьяка, ртути, алюминия в диапазонах, представленных в таблице 1.

#### 3.2 Характеристики показателей точности измерений

Точность измерений массовой доли меди, железа, свинца, ртути, теллура, мышьяка, алюминия соответствует характеристикам, приведенным в таблице 2 (при  $P = 0,95$ ).

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

**Т а б л и ц а 2** – Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли меди, железа, свинца, теллура, мышьяка, ртути, алюминия при доверительной вероятности  $P = 0,95$

| Определяемый компонент,<br>диапазон измерений | Показатель<br>точности, $\pm\Delta$ | В процентах<br>Пределы<br>(абсолютные значения) |                           |
|-----------------------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------------------|---------------------------|
|                                               |                                     | повторяемости,<br>$r (n=2)$                     | воспроизводимости,<br>$R$ |
| Медь<br>От 0,0002 до 0,010 включ.             | $0,4 \bar{X}^*$                     | $0,3 \bar{X}$                                   | $0,5 \bar{X}$             |
| Железо<br>От 0,001 до 0,010 включ.            | $0,4 \bar{X}^*$                     | $0,3 \bar{X}$                                   | $0,5 \bar{X}$             |
| Свинец<br>От 0,0005 до 0,20 включ.            |                                     |                                                 |                           |
| Теллур<br>От 0,002 до 0,20 включ.             |                                     |                                                 |                           |
| Мышьяк<br>От 0,001 до 0,20 включ.             |                                     |                                                 |                           |
| Ртуть<br>От 0,0005 до 0,010 включ.            |                                     |                                                 |                           |
| Алюминий<br>От 0,0005 до 0,010 включ.         |                                     |                                                 |                           |
| * $\bar{X}$ – результат измерений             |                                     |                                                 |                           |

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

\*\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

### 3.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- дифракционный спектрометр типа МФС с анализатором МАЭС;
- шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева от 100 °С до 105 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104;
- приспособление для заточки угольных электродов, например, станок модели КП-35, УЗС-6;
- бокс из органического стекла;
- ступку из органического стекла;
- электроды графитовые особой чистоты [1], марки не ниже ЕС 12, диаметром от 6 мм, длиной 35 – 55 мм, с кратером диаметром 4 мм, глубиной 4 мм и заточенные на конус;

- пинцет из нержавеющей стали;
- колбы мерные 2–50–2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2–100–13/23ТХС по ГОСТ 25336;
- пипетки 1–2–2–1, 1–2–2–2, 1–2–2–5, 1–2–2–10 по ГОСТ 29227.

При выполнении измерений применяют следующие материалы, растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- спирт этиловый по ГОСТ 18300;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233;
- графит порошковый особой чистоты по ГОСТ 23463;
- алюминий металлический с массовой долей основного вещества 99,9 %;
- железо металлическое с массовой долей основного вещества 99,9 %;
- меди оксид с массовой долей основного вещества 99,9 %;
- мышьяка (III) оксид с массовой долей основного вещества 99,9 %;
- ртути оксид с массовой долей основного вещества 99,9 %;
- свинца оксид с массовой долей основного вещества 99,9 %;
- селен элементарный [2];
- теллур металлический особой чистоты [3].

#### П р и м е ч а н и я

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

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативной документации, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в методике измерений.

### 3.4 Метод измерений

Метод основан на измерении интенсивности спектральных линий определяемых компонентов при сжигании образца из кратера угольного электрода.

### 3.5 Подготовка к выполнению измерений

#### 3.5.1 Подготовка прибора к измерению

Подготовку прибора к выполнению измерений проводят в соответствии с требованиями действующей инструкции по эксплуатации спектрометра. Устанавливают рабочие параметры измерений в соответствии с таблицей 3.

Т а б л и ц а 3 - Параметры измерений

| Параметры измерений,<br>единицы измерений                                                                                                                          | Параметры показателей измерений                                                                    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|
|                                                                                                                                                                    | Спектрометр МФС с анализатором МАЭС                                                                |
| Источник возбуждения спектра                                                                                                                                       | Дуга постоянного тока силой от 6 до 8 А                                                            |
| Электроды                                                                                                                                                          | Катод – графитовый электрод, заполненный пробой<br>Анод – графитовый электрод, заточенный на конус |
| Ширина щели спектрометра, мм                                                                                                                                       | 0,017                                                                                              |
| Промежуточная диафрагма, мм                                                                                                                                        | 5                                                                                                  |
| Экспозиция накопления, мс                                                                                                                                          | 250                                                                                                |
| Время экспозиции, с                                                                                                                                                | 35                                                                                                 |
| П р и м е ч а н и е – Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от технических характеристик используемого спектрометра. |                                                                                                    |

Аналитические линии определяемых компонентов, свободные от спектральных наложений представлены в таблице 4.

#### 3.5.2 Градуировка спектрометра

Спектрометр градуируют при создании метода с использованием образцов сравнения состава

селена с каждой серией проб и строят зависимость интенсивности аналитической линии от массовой доли для каждого определяемого компонента.

При дальнейшей работе выполняют корректировку градуировочных характеристик в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра.

### 3.5.3 Графитовые электроды.

Электроды с кратером и «на конус» вытачивают на заточном станке в соответствии с действующей инструкцией по эксплуатации.

Т а б л и ц а 4 - Аналитические линии компонентов

| Определяемый компонент                                                                                                                               | Длина волны, нм         |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------|
| Алюминий                                                                                                                                             | 308,215 266,039         |
| Железо                                                                                                                                               | 302,064 259,940         |
| Медь                                                                                                                                                 | 327,396 223,015 282,437 |
| Мышьяк                                                                                                                                               | 234,984                 |
| Ртуть                                                                                                                                                | 253,652                 |
| Свинец                                                                                                                                               | 283,305 266,315 287,331 |
| Теллур                                                                                                                                               | 238,578 214,726         |
| П р и м е ч а н и е – Допускается применение других длин волн при условии обеспечения метрологических характеристик, приведенных в настоящем методе. |                         |

3.5.4 Подготовка образцов сравнения. Образцы для сравнения готовят в соответствии с приложением А.

Значения массовой доли алюминия, железа, меди, мышьяка, ртути, свинца и теллура в образцах сравнения состава селена  $Сл - 10 + Сл - 1$ , представлены в таблице 5.

Т а б л и ц а 5 - Параметры образцов сравнения

В процентах

| Определяемый компонент                                                              | Обозначение образца сравнения |       |       |       |      |       |       |       |        |        |
|-------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------|-------|-------|-------|------|-------|-------|-------|--------|--------|
|                                                                                     | массовая доля                 |       |       |       |      |       |       |       |        |        |
|                                                                                     | Сл 10*                        | Сл 9* | Сл 8* | Сл 7* | Сл 6 | Сл 5  | Сл 4  | Сл 3  | Сл 2   | Сл 1   |
| Алюминий                                                                            |                               |       |       |       |      |       |       |       |        |        |
| Железо                                                                              |                               |       |       |       |      |       |       |       |        |        |
| Медь                                                                                |                               |       |       |       |      |       |       |       |        |        |
| Мышьяк                                                                              | 0,2                           | 0,1   | 0,05  | 0,02  | 0,01 | 0,005 | 0,002 | 0,001 | 0,0005 | 0,0002 |
| Ртуть                                                                               |                               |       |       |       |      |       |       |       |        |        |
| Свинец                                                                              |                               |       |       |       |      |       |       |       |        |        |
| Теллур                                                                              |                               |       |       |       |      |       |       |       |        |        |
| *Образцы сравнения применяют для измерений массовой доли мышьяка, свинца и теллура. |                               |       |       |       |      |       |       |       |        |        |

## 3.6 Выполнение измерений

3.6.1 Общие требования к методу измерений в соответствии с ГОСТ 16273.0.

3.6.2 Массовую долю примесей в пробе и образце для контроля определяют параллельно из двух навесок, снимая по три единичных измерения от каждой навески.

3.6.3 Пробы смешивают с графитом в соотношении 1:1, хлорид натрия (10 % от суммы массы пробы и графита) – (0,3 г пробы, 0,3 г графита и 0,6 г хлорида натрия) в ступке из органического стекла.

Подготовленными пробами и образцами сравнения набивают кратеры графитовых электродов методом погружения.

Примечание – Допускается изменение массы навески проб, графита порошкового и хлорида натрия при сохранении соотношения 1:1 пробы и графита и хлорида натрия (10 % от суммы массы пробы и графита).

3.6.4 Одновременно через все стадии подготовки проб к измерениям проводят холостой опыт на чистоту реактивов и материалов.

П р и м е ч а н и е – Массовая доля определяемых компонентов холостого опыта не должна превышать нижнюю границу диапазона определяемых содержаний.

## 3.7 Обработка результатов

3.7.1 Обработку результатов измерений проводят с помощью программного обеспечения по заданной программе и представляют их в виде массовых долей определяемых компонентов.

3.7.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях

повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности  $P = 0,95$ ) предела повторяемости  $r$ , приведенных в таблице 2.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1).

3.7.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 2. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднее арифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6.

## 4 Спектральный эмиссионный метод с индуктивно связанной плазмой

### 4.1 Область применения

В настоящем разделе описан спектральный эмиссионный метод с индуктивно связанной плазмой измерения массовой доли компонентов в техническом селене в диапазонах, представленных в таблице 1.

### 4.2 Характеристики показателей точности измерений

Точность измерений массовой доли компонентов в техническом селене соответствует характеристикам, приведенным в таблице 6 (при  $P = 0,95$ ).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности  $P = 0,95$  приведены в таблице 6.

Таблица 6 – Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли компонентов в техническом селене при доверительной вероятности  $P = 0,95$

В процентах

| Определяемый компонент | Диапазон измерений массовой доли компонента | Показатель точности, $\pm \Delta$ | Пределы (абсолютные значения) |                        |
|------------------------|---------------------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|------------------------|
|                        |                                             |                                   | повторяемости, $r$ ( $n=2$ )  | воспроизводимости, $R$ |
| Алюминий               | От 0,0002 до 0,0050 включ.                  | 0,4 $\bar{X}$                     | 0,3 $\bar{X}$                 | 0,6 $\bar{X}$          |
| Железо                 | От 0,0002 до 0,010 включ.                   | 0,4 $\bar{X}$                     | 0,3 $\bar{X}$                 | 0,6 $\bar{X}$          |
| Кадмий                 | От 0,0002 до 0,0050 включ.                  | 0,5 $\bar{X}$                     | 0,3 $\bar{X}$                 | 0,6 $\bar{X}$          |
| Калий                  | От 0,0002 до 0,0050 включ.                  | 0,5 $\bar{X}$                     | 0,3 $\bar{X}$                 | 0,6 $\bar{X}$          |
| Кальций                | От 0,0002 до 0,0050 включ.                  | 0,5 $\bar{X}$                     | 0,3 $\bar{X}$                 | 0,6 $\bar{X}$          |
| Магний                 | От 0,0002 до 0,0050 включ.                  | 0,5 $\bar{X}$                     | 0,3 $\bar{X}$                 | 0,6 $\bar{X}$          |
| Медь                   | От 0,0002 до 0,0050 включ.                  | 0,5 $\bar{X}$                     | 0,3 $\bar{X}$                 | 0,7 $\bar{X}$          |
| Мышьяк                 | От 0,0002 до 0,0050 включ.                  | 0,4 $\bar{X}$                     | 0,3 $\bar{X}$                 | 0,6 $\bar{X}$          |
| Никель                 | От 0,0002 до 0,0050 включ.                  | 0,5 $\bar{X}$                     | 0,3 $\bar{X}$                 | 0,6 $\bar{X}$          |
| Свинец                 | От 0,0002 до 0,0050 включ.                  | 0,5 $\bar{X}$                     | 0,3 $\bar{X}$                 | 0,6 $\bar{X}$          |
| Сурьма                 | От 0,0002 до 0,0050 включ.                  | 0,5 $\bar{X}$                     | 0,3 $\bar{X}$                 | 0,7 $\bar{X}$          |
| Натрий                 | От 0,0005 до 0,0050 включ.                  | 0,4 $\bar{X}$                     | 0,4 $\bar{X}$                 | 0,6 $\bar{X}$          |
| Теллур                 | От 0,0005 до 0,10 включ.                    | 0,4 $\bar{X}$                     | 0,3 $\bar{X}$                 | 0,6 $\bar{X}$          |
| Сера                   | От 0,0005 до 0,020 включ.                   | 0,5 $\bar{X}$                     | 0,3 $\bar{X}$                 | 0,6 $\bar{X}$          |
| Ртуть                  | Св. 0,0005 до 0,0015 включ.                 | 0,5 $\bar{X}$                     | 0,3 $\bar{X}$                 | 0,6 $\bar{X}$          |
|                        | От 0,0015 » 0,010 »                         | 0,4 $\bar{X}$                     | 0,3 $\bar{X}$                 | 0,6 $\bar{X}$          |

\*  $\bar{X}$  – результат измерений



### 4.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой в качестве источника возбуждения со всеми принадлежностями;
- плиту электрическую с закрытым нагревательным элементом, обеспечивающую температуру нагрева до 400 °С;
- весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ 24104 с дискретностью 0,0001 г;
- колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-200-2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2-250-13/23ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1-150 ТС, В-1-250-ТС, Н-1-150 ТХС, Н-1-250 ТХС по ГОСТ 25336;
- пилетки 1-2-2-1, 1-2-2-2, 1-2-2-5, 1-2-2-10 по ГОСТ 29227;
- мензурки 50 по ГОСТ 1770;
- стекло часовое.

При выполнении измерений применяют следующие материалы, растворы:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту азотную особой чистоты по ГОСТ 11125;
- кислоту соляную особой чистоты по ГОСТ 14261 и разбавленную 1:5 и 1:19;
- аргон газообразный по ГОСТ 10157;
- государственные стандартные образцы состава раствора ионов: алюминия, железа, кадмия, калия, кальция, магния, меди, мышьяка, никеля, свинца, сурьмы, натрия, теллура, серы, ртути с массовой концентрацией 1,0 мг/см<sup>3</sup>;
- селен элементарный [2].

#### Примечания

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

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативной документации при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в методике измерений.

### 4.4 Метод измерений

Метод основан на измерении интенсивности спектральных линий определяемых компонентов при возбуждении атомов раствора пробы в индуктивно связанной плазме.

### 4.5 Подготовка к выполнению измерений

#### 4.5.1 Подготовка прибора к выполнению измерений

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

#### 4.5.2 Приготовление растворов известной концентрации

4.5.2.1 При приготовлении раствора ионов алюминия, железа, кадмия, кальция, магния с массовой концентрацией 0,1 мг/см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают по 10 см<sup>3</sup> растворов ионов алюминия, железа, кадмия, кальция, магния с массовой концентрацией 1,0 мг/см<sup>3</sup>. Доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:5 и перемешивают.

4.5.2.2 При приготовлении раствора ионов меди, мышьяка, никеля, свинца, сурьмы с массовой концентрацией 0,1 мг/см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают по 10 см<sup>3</sup> растворов ионов меди, мышьяка, никеля, свинца, сурьмы с массовой концентрацией 1,0 мг/см<sup>3</sup>. Доводят до метки соляной кислотой, разбавленной 1:5 и перемешивают.

4.5.2.3 При приготовлении раствора ионов алюминия, железа, кадмия, кальция, магния, меди, мышьяка, никеля, свинца, сурьмы с массовой концентрацией

0,01 мг/см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают по 1,0 см<sup>3</sup> растворов ионов алюминия, железа, кадмия, кальция, магния, меди, мышьяка, никеля, свинца, сурьмы с массовой концентрацией 1,0 мг/см<sup>3</sup>, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:5 и перемешивают.

4.5.2.4 При приготовлении раствора ионов теллура, натрия с массовой концентрацией 0,1 мг/см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают по 10 см<sup>3</sup> растворов ионов теллура, натрия с массовой концентрацией 1,0 мг/см<sup>3</sup>, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:5 и перемешивают.

4.5.2.5 При приготовлении раствора ионов теллура, натрия с массовой концентрацией 0,01 мг/см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора, содержащего 0,1 мг/см<sup>3</sup> ионов теллура, натрия, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:5 и перемешивают.

4.5.2.6 При приготовлении раствора ионов серы с массовой концентрацией 0,1 мг/см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> раствора ионов серы массовой концентрации 1,0 мг/см<sup>3</sup>, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:5 и перемешивают.



4.5.2.7 При приготовлении раствора ионов серы с массовой концентрацией  $0,01 \text{ мг/см}^3$  в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  помещают  $10 \text{ см}^3$  раствора, содержащего  $0,1 \text{ мг/см}^3$  ионов серы, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:5 и перемешивают.

4.5.2.8 При приготовлении раствора ионов калия с массовой концентрацией  $0,1 \text{ мг/см}^3$  в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  помещают  $10 \text{ см}^3$  раствора ионов калия содержащего  $1,0 \text{ мг/см}^3$  ионов калия, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:5 и перемешивают.

4.5.2.9 При приготовлении раствора ионов калия с массовой концентрацией  $0,01 \text{ мг/см}^3$  в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  помещают  $1,0 \text{ см}^3$  раствора содержащего  $0,1 \text{ мг/см}^3$  ионов калия, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:5 и перемешивают.

4.5.2.10 При приготовлении раствора ионов ртути с массовой концентрацией  $0,1 \text{ мг/см}^3$  в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  помещают  $10 \text{ см}^3$  раствора ионов ртути с массовой концентрацией  $1,0 \text{ мг/см}^3$ , доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:5 и перемешивают.

4.5.2.11 Для приготовления раствора ионов селена с массовой концентрацией  $100,0 \text{ мг/см}^3$  в колбу вместимостью  $250 \text{ см}^3$  помещают навеску селена элементарного массой  $20,00 \text{ г}$ , приливают  $50 \text{ см}^3$  азотной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают до полного разложения навески. Часовое стекло и стенки колбы обмывают водой. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью  $200 \text{ см}^3$ , доливают до метки водой и перемешивают.

#### 4.5.3 Приготовление градуировочных растворов

Для приготовления градуировочных растворов, в мерные колбы вместимостью  $100 \text{ см}^3$  последовательно помещают аликваты растворов известной концентрации, согласно таблице 7 (для определения алюминия, железа, кадмия, кальция, магния, меди, мышьяка, никеля, свинца, сурьмы, натрия, теллура) и согласно таблице 8 (для определения серы и калия), доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 1:5, согласно таблице 9 растворы для определения ртути доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:5, в мерные колбы вместимостью  $200 \text{ см}^3$  и перемешивают. Растворы устойчивы в течение 5 дней.

Таблица 7

| Определя-<br>емый<br>компонент | Обозначение и массовая концентрация градуировочных растворов, объем и массовая концентрация растворов известной концентрации |     |                |      |     |                |      |     |                |     |     |                |     |     |                |
|--------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|----------------|------|-----|----------------|------|-----|----------------|-----|-----|----------------|-----|-----|----------------|
|                                | 1                                                                                                                            |     |                | 2    |     |                | 3    |     |                | 4   |     |                | 5   |     |                |
|                                | C                                                                                                                            | V   | C <sub>1</sub> | C    | V   | C <sub>1</sub> | C    | V   | C <sub>1</sub> | C   | V   | C <sub>1</sub> | C   | V   | C <sub>1</sub> |
| Алюминий                       | 0,01                                                                                                                         | 0,5 | 0,05           | 0,01 | 1,0 | 0,1            | 0,01 | 3,0 | 0,3            | 0,1 | 1,0 | 1,0            | 0,1 | 2,0 | 2,0            |
| Железо                         | 0,01                                                                                                                         | 0,5 | 0,05           | 0,01 | 1,0 | 0,1            | 0,01 | 3,0 | 0,3            | 0,1 | 1,0 | 1,0            | 0,1 | 2,0 | 2,0            |
| Кадмий                         | 0,01                                                                                                                         | 0,5 | 0,05           | 0,01 | 1,0 | 0,1            | 0,01 | 3,0 | 0,3            | 0,1 | 1,0 | 1,0            | 0,1 | 2,0 | 2,0            |
| Кальций                        | 0,01                                                                                                                         | 0,5 | 0,05           | 0,01 | 1,0 | 0,1            | 0,01 | 3,0 | 0,3            | 0,1 | 1,0 | 1,0            | 0,1 | 2,0 | 2,0            |
| Магний                         | 0,01                                                                                                                         | 0,5 | 0,05           | 0,01 | 1,0 | 0,1            | 0,01 | 3,0 | 0,3            | 0,1 | 1,0 | 1,0            | 0,1 | 2,0 | 2,0            |
| Медь                           | 0,01                                                                                                                         | 0,5 | 0,05           | 0,01 | 1,0 | 0,1            | 0,01 | 3,0 | 0,3            | 0,1 | 1,0 | 1,0            | 0,1 | 2,0 | 2,0            |
| Мышьяк                         | 0,01                                                                                                                         | 0,5 | 0,05           | 0,01 | 1,0 | 0,1            | 0,01 | 3,0 | 0,3            | 0,1 | 1,0 | 1,0            | 0,1 | 2,0 | 2,0            |
| Никель                         | 0,01                                                                                                                         | 0,5 | 0,05           | 0,01 | 1,0 | 0,1            | 0,01 | 3,0 | 0,3            | 0,1 | 1,0 | 1,0            | 0,1 | 2,0 | 2,0            |
| Свинец                         | 0,01                                                                                                                         | 0,5 | 0,05           | 0,01 | 1,0 | 0,1            | 0,01 | 3,0 | 0,3            | 0,1 | 1,0 | 1,0            | 0,1 | 2,0 | 2,0            |
| Сурьма                         | 0,01                                                                                                                         | 0,5 | 0,05           | 0,01 | 1,0 | 0,1            | 0,01 | 3,0 | 0,3            | 0,1 | 1,0 | 1,0            | 0,1 | 2,0 | 2,0            |
| Натрий                         | 0,01                                                                                                                         | 0,5 | 0,05           | 0,01 | 1,0 | 0,1            | 0,01 | 3,0 | 0,3            | 0,1 | 1,0 | 1,0            | 0,1 | 2,0 | 2,0            |
| Теллур                         | 0,01                                                                                                                         | 0,5 | 0,05           | 0,01 | 1,0 | 0,1            | 0,01 | 3,0 | 0,3            | 0,1 | 1,0 | 1,0            | 0,1 | 2,0 | 2,0            |
| Селен                          | C=100, V=40, C <sub>1</sub> =40000                                                                                           |     |                |      |     |                |      |     |                |     |     |                |     |     |                |

#### Примечания

1 C — массовая концентрация раствора известной концентрации,  $\text{мг/см}^3$ ; V — объем аликвотной части раствора известной концентрации,  $\text{см}^3$ ; C<sub>1</sub> — массовая концентрация определяемого компонента,  $\text{мг/см}^3$ .

2 Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой, однородности анализируемого материала и т.д.

Таблица 8

| Определя-<br>емый<br>компонент | Обозначение и массовая концентрация градуировочных растворов, объем и массовая концентрация растворов известной концентрации |     |                |      |     |                |      |     |                |     |     |                |     |     |                |
|--------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|----------------|------|-----|----------------|------|-----|----------------|-----|-----|----------------|-----|-----|----------------|
|                                | 1                                                                                                                            |     |                | 2    |     |                | 3    |     |                | 4   |     |                | 5   |     |                |
|                                | C                                                                                                                            | V   | C <sub>1</sub> | C    | V   | C <sub>1</sub> | C    | V   | C <sub>1</sub> | C   | V   | C <sub>1</sub> | C   | V   | C <sub>1</sub> |
| Сера                           | 0,01                                                                                                                         | 2,0 | 0,2            | 0,01 | 4,0 | 0,4            | 0,01 | 6,0 | 0,6            | 0,1 | 1,0 | 1,0            | 0,1 | 2,0 | 2,0            |
| Калий                          | 0,01                                                                                                                         | 0,5 | 0,05           | 0,01 | 1,0 | 0,1            | 0,01 | 3,0 | 0,3            | 0,1 | 1,0 | 1,0            | 0,1 | 2,0 | 2,0            |
| Селен                          | C=100, V=40, C <sub>1</sub> =40000                                                                                           |     |                |      |     |                |      |     |                |     |     |                |     |     |                |

Окончание таблицы 8

| Определяемый компонент                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | Обозначение и массовая концентрация градуировочных растворов, объем и массовая концентрация растворов известной концентрации |   |                |   |   |                |   |   |                |   |   |                |   |   |                |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---|----------------|---|---|----------------|---|---|----------------|---|---|----------------|---|---|----------------|
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | 1                                                                                                                            |   |                | 2 |   |                | 3 |   |                | 4 |   |                | 5 |   |                |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | C                                                                                                                            | V | C <sub>1</sub> | C | V | C <sub>1</sub> | C | V | C <sub>1</sub> | C | V | C <sub>1</sub> | C | V | C <sub>1</sub> |
| Примечания<br>1 C – массовая концентрация раствора известной концентрации, мг/см <sup>3</sup> ; V – объем аликвотной части раствора известной концентрации, см <sup>3</sup> ; C <sub>1</sub> – массовая концентрация определяемого компонента, мкг/см <sup>3</sup> .<br>2 Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой, однородности анализируемого материала и т.д. |                                                                                                                              |   |                |   |   |                |   |   |                |   |   |                |   |   |                |

Таблица 9

| Определяемый компонент                                                                                                                                                                                                                                 | Обозначение и массовая концентрация градуировочных растворов, объем и массовая концентрация растворов известной концентрации |     |                |     |     |                |     |     |                |     |     |                |     |     |                |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|----------------|-----|-----|----------------|-----|-----|----------------|-----|-----|----------------|-----|-----|----------------|
|                                                                                                                                                                                                                                                        | 1                                                                                                                            |     |                | 2   |     |                | 3   |     |                | 4   |     |                | 5   |     |                |
|                                                                                                                                                                                                                                                        | C                                                                                                                            | V   | C <sub>1</sub> | C   | V   | C <sub>1</sub> | C   | V   | C <sub>1</sub> | C   | V   | C <sub>1</sub> | C   | V   | C <sub>1</sub> |
| Ртуть                                                                                                                                                                                                                                                  | 0,1                                                                                                                          | 0,6 | 0,3            | 1,0 | 0,3 | 1,5            | 1,0 | 0,6 | 3,0            | 1,0 | 1,2 | 6,0            | 1,0 | 1,8 | 9,0            |
| Селен                                                                                                                                                                                                                                                  | C=100, V=120, C <sub>1</sub> =60000                                                                                          |     |                |     |     |                |     |     |                |     |     |                |     |     |                |
| Примечания                                                                                                                                                                                                                                             |                                                                                                                              |     |                |     |     |                |     |     |                |     |     |                |     |     |                |
| 1 C – массовая концентрация раствора известной концентрации, мг/см <sup>3</sup> ; V – объем аликвотной части раствора известной концентрации, см <sup>3</sup> ; C <sub>1</sub> – массовая концентрация определяемого компонента, мкг/см <sup>3</sup> . |                                                                                                                              |     |                |     |     |                |     |     |                |     |     |                |     |     |                |
| 2 Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой, однородности анализируемого материала и т.д.                                       |                                                                                                                              |     |                |     |     |                |     |     |                |     |     |                |     |     |                |

4.5.4 Связь интенсивности излучения с массовой концентрацией компонента в растворе устанавливают двумя способами:

- с помощью градуировочного графика (способ 1);
- с использованием метода добавок (способ 2).

Для измерения массовой доли компонентов по способу 2 используют растворы, приготовленные по 4.5.2.1–4.5.2.8.

4.5.5 В соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра, запускают рабочую программу и выполняют не менее двух измерений аналитического сигнала нулевого раствора, затем соответствующего градуировочного раствора.

Рассчитывают градуировочные характеристики.

Примечание – Определение градуировочных характеристик, обработка и хранение результатов градуировки проводится с использованием стандартного программного обеспечения, входящего в комплект спектрометра.

Контроль стабильности градуировочных характеристик проводят с применением раствора сравнения № 2. Градуировочные характеристики признают стабильными, если отклонение полученного результата от установленного содержания компонента в растворе сравнения не превышает 10 % (отн.)

Параметры режима измерений приведены в таблице 10.

Таблица 10 – Параметры режима измерений

| Параметры режима измерений, единицы измерений                                                                                                                                                                                                                         | Значение   |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| Мощность плазмы, кВт                                                                                                                                                                                                                                                  | 1,4        |
| Расход охлаждающего потока, дм <sup>3</sup> /мин                                                                                                                                                                                                                      | 12,00      |
| Расход вспомогательного потока, дм <sup>3</sup> /мин                                                                                                                                                                                                                  | 1,00       |
| Расход распылительного потока, дм <sup>3</sup> /мин                                                                                                                                                                                                                   | 1,00       |
| Скорость перистальтического насоса, об/мин                                                                                                                                                                                                                            | 30         |
| Время интегрирования сигнала, с                                                                                                                                                                                                                                       | От 3 до 20 |
| Примечания<br>1 Измерение аналитического сигнала на пике с динамической коррекцией фона.<br>2 Данные сведения носят рекомендательный характер и могут быть изменены в зависимости от чувствительности эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой и т.д. |            |

4.5.6 Измерение интенсивности аналитических спектральных линий определяемых компонентов проводят при длинах волн, указанных в таблице 11, для достижения оптимальных значений по чувствительности и точности определения компонентов.

Таблица 11 - Длины волн

| Определяемый компонент | Длина волны, нм             | Определяемый компонент | Длина волны, нм     |
|------------------------|-----------------------------|------------------------|---------------------|
| Мышьяк                 | 189,042;<br>193,6           | Медь                   | 324,754;<br>327,396 |
| Железо                 | 238,204<br>259,941          | Свинец                 | 220,353; 168,220    |
| Алюминий               | 167,800<br>396,152          | Сурьма                 | 217,581; 231,147    |
| Натрий                 | 589,592                     | Кальций                | 317,933             |
| Теллур                 | 170,000;<br>214,281 238,578 | Магний                 | 280,270             |
| Сера                   | 180,731<br>182,034          | Калий                  | 766,491             |
| Кадмий                 | 214,438<br>226,502          | Никель                 | 231,604             |
| Ртуть                  | 253,652                     | -                      | -                   |

Примечание – Допускается применение других длин волн при условии обеспечения требуемых метрологических характеристик

#### 4.6 Выполнение измерений

4.6.1 Одновременно через все стадии подготовки проб к измерению проводят контрольный опыт на чистоту реактивов.

4.6.2 Измерение массовой доли примесей по градуировочному графику (способ 1).

4.6.2.1 Массовую долю примесей определяют параллельно из двух навесок.

4.6.2.2 Подготовку проб и измерение массовой доли ртути проводят отдельно от определения других компонентов.

4.6.2.3 Навеску пробы массой от 1,9990 до 2,0010 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают от 15 до 20 см<sup>3</sup> смеси соляной и азотной кислот (3:1), закрывают крышкой и растворяют при нагревании в течение 20 мин. Затем крышки и стенки колбы обмывают соляной кислотой, разбавленной 1:19. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

4.6.2.4 Для измерения массовой доли ртути две навески пробы массой по (6,0000 ± 0,0010) г помещают в два стакана вместимостью от 150 до 250 см<sup>3</sup>, смачивают водой и приливают 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты, накрывают часовыми стеклами и нагревают до полного растворения, прибавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, затем упаривают содержимое стаканов от 5 до 10 см<sup>3</sup>. После охлаждения, растворы переводят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:5 и перемешивают.

4.6.2.5 Выполнение измерений проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра.

Если концентрация компонента в анализируемом растворе превышает его концентрацию в градуировочных растворах (величина сигнала выше последней точки графика) проводят разбавление анализируемого раствора.

4.6.3 Измерение массовой доли примесей с использованием метода добавок (способ 2)

4.6.3.1 Массовую долю примесей измеряют параллельно из двух навесок.

4.6.3.2 Массовые доли калия и серы измеряют отдельно от определения других компонентов.

4.6.3.3 Навески пробы массой от 1,9990 до 2,0010 г помещают в восемь мерных колб вместимостью по 50 см<sup>3</sup> каждая и растворяют согласно 4.6.2.2.

В шесть из восьми мерных колб с растворами пробы вводят добавки согласно таблице 12. Растворы во всех колбах доливают до метки водой и перемешивают.

Таблица 12

В процентах

| Определяемый компонент | Массовая доля определяемых компонентов в вводимых добавках |                |                |
|------------------------|------------------------------------------------------------|----------------|----------------|
|                        | добавка 1                                                  | добавка 2      | добавка 3      |
|                        | C <sub>1</sub>                                             | C <sub>2</sub> | C <sub>3</sub> |
| Мышьяк                 | 0,00025                                                    | 0,00075        | 0,0020         |
| Железо                 |                                                            |                |                |
| Алюминий               |                                                            |                |                |
| Натрий                 |                                                            |                |                |
| Теллур                 |                                                            |                |                |
| Медь                   |                                                            |                |                |
| Свинец                 |                                                            |                |                |
| Сурьма                 |                                                            |                |                |
| Кальций                |                                                            |                |                |
| Магний                 |                                                            |                |                |
| Кадмий                 |                                                            |                |                |
| Никель                 |                                                            |                |                |
| Сера                   |                                                            |                |                |
| Калий                  |                                                            |                |                |

4.6.3.4 Выполнение измерений проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра – последовательно выполняют измерения пробы, пробы с добавкой 1, пробы с добавкой 2, пробы с добавкой 3 (в порядке возрастания величины добавки).

В соответствии с программным обеспечением спектрометра строят график – значения аналитических сигналов анализируемого раствора пробы и раствора пробы с добавкой, наносят на ось ординат, а по оси абсцисс откладывают значения концентраций добавок. Полученную таким образом прямую экстраполируют на ось абсцисс. Точка пересечения на оси абсцисс указывает массовую концентрацию компонента в анализируемом растворе пробы.

4.6.4 Измерение следует начинать по истечении 20 – 30 мин после зажигания плазмы для стабилизации условий измерений.

#### 4.7 Обработка результатов измерений

4.7.1 Результаты измерений массовой концентрации определяемого компонента в пробе автоматически выводятся на экран монитора.

4.7.2 Массовую долю определяемого компонента,  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{AV}{m10000}, \quad (1)$$

где  $A$  – массовая концентрация компонента в пробе, полученная по графику или по способу добавок, мкг/см<sup>3</sup>;

$V$  – объем раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  – масса навески пробы, г.

4.7.3 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности  $P = 0,95$ ) предела повторяемости  $r$ , приведенных в таблице 6.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1).

4.7.4 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 6. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднее арифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6.

**Приложение А**  
**(рекомендуемое)**

**Приготовление образцов сравнения состава селена**

**А.1 Для приготовления основного раствора А** состава алюминия с массовой концентрацией  $10 \text{ мг/см}^3$  навеску алюминия металлического массой  $0,500 \text{ г}$  помещают в коническую колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , приливают при нагревании  $30 \text{ см}^3$  соляной кислоты, далее соляную кислоту добавляют порциями до полного растворения, раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью  $50 \text{ см}^3$ , доливают до метки водой и перемешивают.

**А.2 Для приготовления основного раствора Б** состава железа с массовой концентрацией  $10 \text{ мг/см}^3$  навеску железа металлического массой  $0,5 \text{ г}$  помещают в коническую колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , приливают при нагревании  $15 \text{ см}^3$  азотной кислоты, разбавленной 1:1, выдерживают до полного растворения. Раствор упаривают до влажных солей, добавляют  $10 \text{ см}^3$  соляной кислоты и нагревают до полного растворения, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью  $50 \text{ см}^3$ , доливают до метки водой и перемешивают.

**А.3 Для приготовления основной смеси состава графита порошкового Гр – 1-А** с массовой долей алюминия, железа, меди, мышьяка, ртути, свинца и теллура  $1 \%$  в ступку помещают навески компонентов и аликвотные части растворов "А" и "Б", согласно таблице А.1. Навески перемешивают с применением этилового спирта из расчета от  $1,0$  до  $1,5 \text{ см}^3$  на  $1 \text{ г}$  смеси до высушивания и выдерживают в сушильном шкафу в течение  $1 \text{ ч}$  при температуре от  $100^\circ\text{C}$  до  $105^\circ\text{C}$ .

**А.4 Серию смесей состава графита Гр – 10 + Гр – 1** готовят методом последовательного разбавления основной смеси Гр – 1-А графитом порошковым. Навески смеси, принятой за основную и графита порошкового, согласно таблице А.2, помещают в ступку и перемешивают с применением этилового спирта из расчета от  $1$  до  $1,5 \text{ см}^3$  на  $1 \text{ г}$  смеси до высушивания и выдерживают в сушильном шкафу в течение  $1 \text{ ч}$  при температуре от  $100^\circ\text{C}$  до  $105^\circ\text{C}$ . Значения массовой доли алюминия, железа, меди, мышьяка, ртути, свинца и теллура в аттестованных смесях состава графита порошкового представлены в таблице А.1.

**А.5 Серию смесей состава селена Сл – 10 + Сл – 1** готовят методом смешивания каждой смеси состава графита Гр – 10 + Гр – 1 с селеном в соотношении 1:1 с добавлением  $10 \%$  хлорида натрия в ступке с применением этилового спирта из расчета от  $1$  до  $1,5 \text{ см}^3$  на  $1 \text{ г}$  смеси до высушивания и выдерживают в сушильном шкафу в течение  $1 \text{ ч}$  при температуре от  $100^\circ\text{C}$  до  $105^\circ\text{C}$ . Смесям состава селена присваивают значения массовой доли примесей соответствующих смесей состава графита, из которых каждая из смесей была изготовлена. Смесей состава селена используют в качестве образцов сравнения при построении градуировочного графика. Значения массовой доли алюминия, железа, меди, мышьяка, ртути, свинца и теллура в образцах сравнения состава селена Сл – 1 + Сл – 10, представлены в таблице А.3.

**Таблица А.1**

| Компоненты смеси                    | Химическая формула      | Масса навески $m$ , г | Массовая концентрация, $\text{мг/см}^3$ | Объем аликвоты основного раствора, $\text{см}^3$ | Компонент | Аттестованное значение А, % |
|-------------------------------------|-------------------------|-----------------------|-----------------------------------------|--------------------------------------------------|-----------|-----------------------------|
| Основной раствор А состава алюминия | -                       | -                     | 10,0                                    | 10,0                                             | Алюминий  | 1,0                         |
| Основной раствор Б состава железа   | -                       | -                     | 10,0                                    | 10,0                                             | Железо    | 1,0                         |
| Меди оксид                          | $\text{CuO}$            | 0,125                 | -                                       | -                                                | Медь      | 1,0                         |
| Мышьяка оксид                       | $\text{As}_2\text{O}_3$ | 0,132                 | -                                       | -                                                | Мышьяк    | 1,0                         |
| Ртуты оксид                         | $\text{HgO}$            | 0,108                 | -                                       | -                                                | Ртуть     | 1,0                         |
| Свинца оксид                        | $\text{PbO}$            | 0,108                 | -                                       | -                                                | Свинец    | 1,0                         |
| Теллур технический                  | $\text{Te}$             | 0,100                 | -                                       | -                                                | Теллур    | 1,0                         |
| Графит порошковый                   | $\text{C}$              | 9,227                 | -                                       | -                                                | -         | -                           |

Таблица А.2

| Обозначение смеси состава графита | Характеристика смеси                                                                                                                                                  | Обозначение основной смеси состава графита | Масса навески основной смеси $m_1$ , г | Масса навески графита $m_0$ , г | Массовая доля определяемого компонента в смеси состава графита $A_{\text{ис}}$ , % |
|-----------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------|----------------------------------------|---------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------|
| Гр-10                             | Массовая доля алюминия<br>Массовая доля железа<br>Массовая доля меди<br>Массовая доля мышьяка<br>Массовая доля ртути<br>Массовая доля свинца<br>Массовая доля теллура | Гр-1-А                                     | 4,000                                  | 16,000                          | 0,2<br>0,2<br>0,2<br>0,2<br>0,2<br>0,2<br>0,2                                      |
| Гр-9                              | Массовая доля алюминия<br>Массовая доля железа<br>Массовая доля меди<br>Массовая доля мышьяка<br>Массовая доля ртути<br>Массовая доля свинца<br>Массовая доля теллура | Гр-10                                      | 9,500                                  | 9,500                           | 0,1<br>0,1<br>0,1<br>0,1<br>0,1<br>0,1<br>0,1                                      |
| Гр-8                              | Массовая доля алюминия<br>Массовая доля железа<br>Массовая доля меди<br>Массовая доля мышьяка<br>Массовая доля ртути<br>Массовая доля свинца<br>Массовая доля теллура | Гр-9                                       | 9,000                                  | 9,000                           | 0,05<br>0,05<br>0,05<br>0,05<br>0,05<br>0,05<br>0,05                               |
| Гр-7                              | Массовая доля алюминия<br>Массовая доля железа<br>Массовая доля меди<br>Массовая доля мышьяка<br>Массовая доля ртути<br>Массовая доля свинца<br>Массовая доля теллура | Гр-8                                       | 8,000                                  | 12,000                          | 0,02<br>0,02<br>0,02<br>0,02<br>0,02<br>0,02<br>0,02                               |
| Гр-6                              | Массовая доля алюминия<br>Массовая доля железа<br>Массовая доля меди<br>Массовая доля мышьяка<br>Массовая доля ртути<br>Массовая доля свинца<br>Массовая доля теллура | Гр-7                                       | 9,500                                  | 9,500                           | 0,01<br>0,01<br>0,01<br>0,01<br>0,01<br>0,01<br>0,01                               |
| Гр-5                              | Массовая доля алюминия<br>Массовая доля железа<br>Массовая доля меди<br>Массовая доля мышьяка<br>Массовая доля ртути<br>Массовая доля свинца<br>Массовая доля теллура | Гр-6                                       | 9,000                                  | 9,000                           | 0,005<br>0,005<br>0,005<br>0,005<br>0,005<br>0,005<br>0,005                        |
| Гр-4                              | Массовая доля алюминия<br>Массовая доля железа<br>Массовая доля меди<br>Массовая доля мышьяка<br>Массовая доля ртути<br>Массовая доля свинца<br>Массовая доля теллура | Гр-5                                       | 8,000                                  | 12,000                          | 0,002<br>0,002<br>0,002<br>0,002<br>0,002<br>0,002<br>0,002                        |
| Гр-3                              | Массовая доля алюминия<br>Массовая доля железа<br>Массовая доля меди<br>Массовая доля мышьяка<br>Массовая доля ртути<br>Массовая доля свинца<br>Массовая доля теллура | Гр-4                                       | 8,500                                  | 8,500                           | 0,001<br>0,001<br>0,001<br>0,001<br>0,001<br>0,001<br>0,001                        |



Окончание таблицы А.2

| Обозначение смеси состава графита | Характеристика смеси                                                                                                                                                  | Обозначение основной смеси состава графита | Масса навески основной смеси $m_1$ , г | Масса навески графита $m_0$ , г | Массовая доля определяемого компонента в смеси состава графита $A_{ac}$ , % |
|-----------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------|----------------------------------------|---------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------|
| Гр-2                              | Массовая доля алюминия<br>Массовая доля железа<br>Массовая доля меди<br>Массовая доля мышьяка<br>Массовая доля ртути<br>Массовая доля свинца<br>Массовая доля теллура | Гр-3                                       | 7,000                                  | 7,000                           | 0,0005<br>0,0005<br>0,0005<br>0,0005<br>0,0005<br>0,0005<br>0,0005          |
| Гр-1                              | Массовая доля алюминия<br>Массовая доля железа<br>Массовая доля меди<br>Массовая доля мышьяка<br>Массовая доля ртути<br>Массовая доля свинца<br>Массовая доля теллура | Гр-2                                       | 4,000                                  | 6,000                           | 0,0002<br>0,0002<br>0,0002<br>0,0002<br>0,0002<br>0,0002<br>0,0002          |

Таблица А.3

| Определяемый компонент | Обозначение образца сравнения |      |      |      |      |       |       |       |        |        |
|------------------------|-------------------------------|------|------|------|------|-------|-------|-------|--------|--------|
|                        | массовая доля, %              |      |      |      |      |       |       |       |        |        |
|                        | Сл-10                         | Сл-9 | Сл-8 | Сл-7 | Сл-6 | Сл-5  | Сл-4  | Сл-3  | Сл-2   | Сл-1   |
| Алюминий               |                               |      |      |      |      |       |       |       |        |        |
| Железо                 |                               |      |      |      |      |       |       |       |        |        |
| Медь                   |                               |      |      |      |      |       |       |       |        |        |
| Мышьяк                 | 0,2                           | 0,1  | 0,05 | 0,02 | 0,01 | 0,005 | 0,002 | 0,001 | 0,0005 | 0,0002 |
| Ртуть                  |                               |      |      |      |      |       |       |       |        |        |
| Свинец                 |                               |      |      |      |      |       |       |       |        |        |
| Теллур                 |                               |      |      |      |      |       |       |       |        |        |

Срок годности образцов сравнения состава селена – один год.

Библиография

- |                                                    |                                                          |
|----------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|
| [1] Технические условия<br>ТУ 3497-001-51046676-01 | Электроды графитовые особой чистоты                      |
| [2] Технические условия<br>ТУ 6-09-2521-77         | Селен элементарный<br>марки ОСЧ 22-4, ОСЧ 17-4, ОСЧ 17-3 |
| [3] Технические условия<br>ТУ 48-0515-028-89       | Теллур металлический особой чистоты марки экстра         |

---

УДК 669.776:543.42:006.354

МКС 77.120.99

Ключевые слова: селен технический, спектральный эмиссионный метод измерений с фотоэлектрической регистрацией спектра, спектральный эмиссионный метод с индуктивно связанной плазмой, результаты измерений, показатели точности измерений, средства измерений, обработка результатов измерений

---

Подписано в печать 02.03.2015. Формат 60х84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>.

Усл. печ. л. 1,86. Тираж 35 экз. Зак. 729.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)