

Изменение № 2 ГОСТ 1293.14—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Спектральный метод определения натрия, кальция и магния

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 8 от 12.10.95)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2571

За принятие изменения проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|----------------------------|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Армения | Армгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Республики Беларусь |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикгосстандарт |
| Туркменистан | Главгосинспекция «Туркменстандартлары» |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

Пункт 1.4 изложить в новой редакции:

«1.4. Контроль правильности выполнения анализа осуществляют по ГОСТ 25086—87 методом добавок или сравнением результатов анализа одной и той же пробы, полученных по данной методике, с результатами атомно-абсорбционного анализа, полученными по ГОСТ 1293.6—78, ГОСТ 1293.8—78, ГОСТ 1293.9—78 или другой аттестованной методике каждый раз при замене реактивов, стандартных растворов, образцов сравнения, ремонте оборудования и других изменениях, влияющих на результат анализа.

При использовании метода добавок анализ проб считают выполненным правильно, если найденная величина добавки отличается от введенной ее величины не более, чем на

$$0,71\sqrt{D_1^2 + D_2^2},$$

где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения результатов анализа для пробы (D_1) и пробы с добавкой (D_2).

При контроле правильности выполнения анализа сопоставлением полученных результатов анализа по данной методике с результатами анализа тех же проб, полученными по независимой контрольной методике,

(Продолжение см. с. 56)

анализ проб считают выполненным правильно, если разность между полученными анализами не более

$$0,71\sqrt{D_1^2 + D_2^2},$$

где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения двух результатов анализа, численные значения которых регламентированы в проверяемой (D_1) и контрольной (D_2) методиках анализа.

Раздел 3 дополнить абзацем (после первого):

«Допускается применение спектрографов других типов при условии получения требуемой чувствительности и метрологических характеристик не хуже указанных в п. 6.2»;

четвертый абзац изложить в новой редакции:

«Микрофотометр любого типа, предназначенный для измерения плотности почернения спектральных линий»;

двенадцатый абзац. Заменить слова: «типов I и «панхром» на «типов «панхром», ПФС-02, ПФС-03, НТ-2СВ по ТУ 6—43—1475—88 или других типов, позволяющих получить требуемую чувствительность определяемых элементов»;

четырнацатый абзац. Заменить значение: 0,001 % на 0,0005 %.

Пункт 5.1. Первый абзац. Заменить слово: «Навески» на «Навеску пробы»;

последний абзац. Заменить слова: «от каждого из группы образцов» на «от каждого из образцов сравнения».

Пункт 5.2. Последний абзац. Заменить слова: «фотопластинки спектрографические типа I» на «фотопластинки спектрографические типа ПФС-02».

Пункты 6.1, 6.2 изложить в новой редакции:

«6.1. Спектры анализируемых проб и образцов сравнения фотографируют на одной и той же пластинке по шесть и три раза соответственно. Почернение аналитической линии (S_a) и линии сравнения (S_{cp}) измеряют на микрофотометре. Градуировочные графики строят в координатах $\Delta S - \lg C$, где ΔS — среднее трех значений $S_a - S_{cp}$, C — известная массовая доля определяемой примеси в образцах сравнения в процентах.

По полученным значениям ΔS по графикам определяют массовые доли примесей в анализируемых пробах. При определении кальция измеряют почернения аналитической линии (S_{a+cp}) и фона около линии (S_{cp}). Градуировочный график строят в координатах $\Delta S - \lg C$, где ΔS — среднее значение $S_{a+cp} - S_{cp}$. По полученным значениям ΔS по графику определяют массовую долю кальция в анализируемых пробах.

6.2. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, полученных на

(Продолжение см. с. 57)

одной фотопластинке, каждое из трех спектрограмм. Расхождения результатов параллельных определений (d — показатель повторяемости) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$d = S \cdot \bar{x} \cdot Q(P', n),$$

где S — относительное среднее квадратическое отклонение результатов параллельных определений, равное для натрия — 0,09; кальция — 0,08; магния — 0,06;

\bar{x} — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений;

$Q(P', n)$ — критическое значение размаха выборки нормальной совокупности, равное 2,77 при $P = 0,95$ и $n = 2$.

Или

$$d_{\text{Na}} = 2,5 \bar{x},$$

$$d_{\text{Ca}} = 2,2 \bar{x},$$

$$d_{\text{Mg}} = 1,7 \bar{x}.$$

(Продолжение см. с. 58)

Расхождения двух результатов анализа одной и той же пробы (D — показатель воспроизводимости) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$D = S_i \cdot \bar{y} \cdot Q(P', n),$$

где S_i — относительное среднее квадратическое отклонение двух результатов анализа одной и той же пробы, равное для натрия — 0,1; для кальция — 0,09; для магния — 0,06;

\bar{y} — среднее арифметическое двух результатов анализа, %.

Или

$$D_{\text{Na}} = 2,8 \bar{y},$$

$$D_{\text{Ca}} = 2,5 \bar{y},$$

$$D_{\text{Mg}} = 1,7 \bar{y} \%.$$

(ИУС № 7 2001 г.)