МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
17261—
2008**

ЦИНК

Методы атомно-эмиссионного спектрального анализа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 504 «Цинк, свинец», дочерним государственным предприятием «Восточный научно-исследовательский горно-металлургический институт цветных металлов» (ДГП «ВНИИцветмет») Республики Казахстан и Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации»

2 ВНЕСЕН Комитетом по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол от 30 декабря 2008 г. № 35)

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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Республика Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 7 апреля 2016 г. № 245-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 17261—2008 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 17261—77

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 (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2016

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 3
4 Общие требования 3
5 Требования безопасности и охраны окружающей среды 4
6 Метод атомно-эмиссионного спектрального анализа с возбуждением спектра дуговым разрядом 4
7 Атомно-эмиссионный метод с возбуждением спектра индуктивно связанной плазмой 8
Приложение А (рекомендуемое) Контроль точности и стабильности результатов анализа 14
Библиография 16

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦИНК

Методы атомно-эмиссионного спектрального анализа

Zinc. Methods of atomic-emission spectral analysis

Дата введения — 2016—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на цинк и устанавливает методы атомно-эмиссионного спектрального анализа с возбуждением спектра дуговым разрядом и индуктивно связанной плазмой для определения железа, кадмия, меди, олова, свинца и сурьмы в цинке марок ЦВ0, ЦВ, Ц0А, Ц0, Ц1, Ц2, Ц3, алюминия в цинке марок ЦВ0, ЦВ, Ц0А, Ц0, Ц1, Ц2 по ГОСТ 3640 в следующем диапазоне массовых долей, %:

- железа от 0,001 до 0,2;
- кадмия от 0,001 до 0,4;
- меди от 0,0005 до 0,1;
- олова от 0,0007 до 0,05;
- свинца от 0,001 до 3,0;
- сурьмы от 0,001 до 0,4;
- алюминия от 0,001 до 0,05.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.016—79 Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность.. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.1.030—81 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.019—80 Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

Издание официальное

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 195—77 Реактивы. Натрий сернистокислый. Технические условия

ГОСТ 859—2001 Медь. Марки

ГОСТ 860—75 Олово. Технические условия

ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия

ГОСТ 1465—80 Напильники. Технические условия

ГОСТ 1467—93 Кадмий. Технические условия

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

ГОСТ 2424—83 Круги шлифовальные. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3778—98 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4160—74 Реактивы. Калий бромистый. Технические условия

ГОСТ 4221—76 Реактивы. Калий углекислый. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-1—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-3—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 5817—77 Реактивы. Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9849—86 Порошок железный. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 19627—74 Гидрохинон (парадиоксибензол). Технические условия

ГОСТ 22180—76 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

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

ГОСТ 25664—83 Метол (4—метиламинофенол сульфат). Технические условия

ГОСТ 28165—89 Приборы и аппараты лабораторные из стекла. Аквадистилляторы. Испарители. Установки ректификационные. Общие технические требования

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30331.3—95 (МЭК 364-4-41—92)/ГОСТ Р 50571.3—94 (МЭК 364-4-41—92) Электроустановки зданий. Часть 4. Требования по обеспечению безопасности. Защита от поражения электрическим током

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ ИСО 5725-1 и рекомендациям [1], а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **точность:** Степень близости результата измерений к принятому опорному значению. Настоящий термин включает сочетание случайных составляющих погрешности (прецизионности) и общей систематической погрешности (правильности).

3.2 **принятое опорное значение:** Значение, которое служит в качестве согласованного для сравнения с результатом испытаний. Для целей настоящего стандарта аттестованные значения стандартных образцов (СО) совпадают с понятием «принятое опорное значение».

3.3 **систематическая погрешность:** Разность между математическим ожиданием результатов анализов и истинным значением*.

3.4 **правильность:** Степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов анализов, к принятому опорному значению**.

3.5 **прецизионность:** Степень близости друг к другу независимых результатов испытаний, полученных в конкретных регламентированных условиях. Крайними случаями таких условий являются условия повторяемости и условия воспроизводимости.

3.6 **повторяемость результатов анализа:** Степень близости друг к другу независимых результатов анализов, полученных в условиях повторяемости одним и тем же методом на идентичных объектах в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования в пределах короткого промежутка времени.

3.7 **предел повторяемости *r*:** Такое значение, что абсолютное расхождение между двумя результатами испытаний, полученными в условиях повторяемости, будет ожидаться менее его или равным ему с вероятностью 95 %.

3.8 **воспроизводимость результатов анализа:** Степень близости друг к другу независимых результатов анализов, полученных в условиях воспроизводимости одним и тем же методом на идентичных объектах в разных лабораториях разными операторами с использованием различного оборудования.

3.9 **предел воспроизводимости *R*:** Такое значение, что абсолютное расхождение между двумя результатами испытаний, полученными в условиях воспроизводимости, будет ожидаться менее его или равным ему с вероятностью 95 %.

4 Общие требования

4.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086.

4.2 При проведении анализа применяют мерную лабораторную стеклянную посуду не ниже 2-го класса точности.

4.3 Отбор проб проводят по ГОСТ 3640. Образцы готовят в виде литых электродов круглого сечения диаметром 10 мм и длиной 50—100 мм.

От цинка в виде чушек среднюю пробу отбирают в виде стружки, расплавляют в предварительно разогретом тигле при температуре 430 °С—450 °С и отливают в изложницу в виде электродов указанных диаметров или других размеров, в зависимости от размеров применяемых стандартных образцов.

4.4 Массовую долю железа, кадмия, меди, олова, свинца, сурьмы и алюминия определяют параллельно на двух навесках.

4.5 При разногласиях в оценке качества цинка применяют атомно-эмиссионный метод анализа с возбуждением спектра в дуговом источнике.

---

* В настоящем стандарте понятие «истинное значение» совпадает с понятием «принятое опорное, аттестованное значение».

** В настоящем стандарте понятие «принятое опорное значение» совпадает с понятием «аттестованное значение стандартных образцов».

5 Требования безопасности и охраны окружающей среды

5.1 При анализе цинка все работы в лаборатории следует проводить на приборах и электроустановках, соответствующих правилам [2] и требованиям ГОСТ 12.2.007.0.

5.2 При использовании электроприборов и электроустановок в процессе проведения анализа цинка следует соблюдать требования ГОСТ 12.3.019, ГОСТ 30331.3, правил [3] и [4].

5.3 Все приборы и электроустановки должны быть снабжены устройствами для заземления, соответствующими ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 12.1.030.

5.4 Анализ проводят в помещениях, оборудованных общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

5.5 Для предотвращения попадания в воздух рабочей зоны озона, оксидов азота, аэрозолей металлов и их оксидов, металлов, выделяющихся в источниках возбуждения спектров и вредно воздействующих на организм работающего, в количествах, превышающих предельно допустимые концентрации по ГОСТ 12.1.005, а также для защиты от электромагнитных излучений и предотвращения от ожога ультрафиолетовыми лучами каждый источник возбуждения спектров должен помещаться внутри приспособления, оборудованного встроенным вытяжным воздухоприемником и защитным экраном по ГОСТ 12.1.019.

5.6 При проведении анализа цинка используют реактивы, оказывающие вредное воздействие на организм человека. При работе с реактивами необходимо выполнять требования безопасности, изложенные в нормативных документах на их изготовление и применение.

5.7 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны (паров кислот, аэрозолей реактивов и других веществ), образующихся в ходе анализа, не должно превышать предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005.

5.8 Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны — по ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.016.

5.9 При использовании и эксплуатации сжатых, сжиженных и растворенных газов в процессе анализа требуется соблюдать правила безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные соответствующими национальными органами.

5.10 При выполнении анализа цинка необходимо соблюдать основные правила безопасной работы в химических лабораториях, утвержденные в установленном порядке.

5.11 Утилизацию, обезвреживание и уничтожение вредных отходов от анализов необходимо проводить в соответствии с санитарными правилами и нормами [5].

5.12 Для обеспечения пожарной безопасности следует соблюдать требования ГОСТ 12.1.004. Помещения лаборатории должны иметь средства огнетушения согласно ГОСТ 12.4.009.

5.13 Персонал лаборатории должен быть обеспечен бытовыми помещениями и устройствами согласно строительным нормам и правилам [6] по группе производственных процессов IIIа.

5.14 Персонал лаборатории должен быть обеспечен спецодеждой и другими средствами индивидуальной защиты согласно типовым отраслевым нормам бесплатной выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений рабочим и служащим предприятий, утвержденным в установленном порядке.

6 Метод атомно-эмиссионного спектрального анализа с возбуждением спектра дуговым разрядом

6.1 Сущность метода

В основу определения массовой доли компонентов в цинке положен метод «трех эталонов» с возбуждением спектра в дуге переменного тока силой 5 А.

6.2 Средства измерений, материалы, реактивы и растворы

Спектрограф кварцевый средней дисперсии, позволяющий за одну экспозицию получить спектр от 230 до 380 нм, или дифракционный типа ДФС-8 с трехлинзовой системой освещения щели и с трехступенчатым ослабителем. Допускается использовать приборы с фотоэлектрической регистрацией спектра.

Генератор активизированной дуги переменного тока.

Микрофотометр любого типа, позволяющий измерять плотность почернения аналитических линий.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

Электропечь лабораторная, шахтная для сплавления цинковой стружки, позволяющая получать температуру до 500 °С.

Изложница для отливки электродов круглого сечения диаметром 10 мм и длиной 50—100 мм или других размеров, изготовленная из чугуна, стали и графита.

Тигли графитовые, графито-шамотовые и шамотовые.

Напильники № 3 и № 4 по ГОСТ 1465.

Круг шлифовальный вращающийся по ГОСТ 2424 или станок КП-35 для заточки электродов.

Стаканы вместимостью 1000 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Фотопластинки спектрографические типа II чувствительностью 13—15 единиц или типа ЭС чувствительностью 10 единиц, ПФС-02, ПФС-03, НТ-2СВ.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Проявитель метолгидрохиноновый: смешивают растворы 1 и 2 в соотношении 1:2.

Раствор 1: 60 г углекислого калия по ГОСТ 4221 растворяют в 1 $дм^3$ воды.

Раствор 2: 6 г метола по ГОСТ 25664, 15 г гидрохинона по ГОСТ 19627, 90 г натрия сернистокислого безводного по ГОСТ 195, 6 г калия бромистого по ГОСТ 4160 растворяют в 2 $дм^3$ воды.

Допускается применять другие контрастно работающие проявители, состав которых указан в нормативных документах на изготовление.

Фиксаж кислый.

Стандартные образцы состава цинка, соответствующие требованиям ГОСТ 8.315.

Допускается применять другие оборудование и реактивы с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

6.3 Проведение анализа

6.3.1 Пробы и стандартные образцы, имеющие вид электродов, затачивают на «крышу» (затачивают с двух сторон под углом 45° с последующей заточкой верхней части электрода на горизонтальную прямоугольную площадку шириной 2—2,5 мм) и укрепляют в штативе таким образом, чтобы избежать экранирования разряда. Допускается заточка обоих электродов на полусферу или нижнего на плоскость, а верхнего на полусферу.

При выполнении анализа на приборах с фотоэлектрической регистрацией спектра допускается использование проб, стандартных образцов иной формы и иного размера.

На торцовой поверхности электродов не должно быть заметных на глаз царапин, раковин и других дефектов.

Расстояние между электродами — 2—3 мм.

Источник возбуждения спектров — дуга переменного тока силой 5 А.

6.3.2 Спектры фотографируют на кварцевом спектрографе средней дисперсии или дифракционном типа ДФС-8 (первый порядок, 600 штр/мм). Ширина щели спектрографа — 0,015—0,020 мм, перед щелью устанавливается трехступенчатый ослабитель. Используют трехлинзовую или другие системы освещения щели. Промежуточная диафрагма — круглая.

При использовании приборов с фотоэлектрической регистрацией спектра необходимо предварительно подобрать оптимальные условия возбуждения спектров, позволяющие получить необходимую чувствительность и точность результатов анализа.

Время экспонирования — 20—40 с в зависимости от чувствительности фотопластинки.

Для определения массовой доли компонентов в цинке используют пары линий, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Линия компонентов, нм	Линия сравнения Zn, нм	Диапазон массовых долей, %
Cu 324,75 282,44	271,25 или 301,84	0,0005—0,01 0,01—0,1
Fe 358,12 299,45 или 259,96	271,25 или 301,84	0,001—0,06 0,01—0,2
Cd 361,05 326,11	271,25 или 301,84	0,001—0,02 0,01—0,4
Pb 283,31 или 363,96 282,32	271,25 или 301,84	0,002— 0,05 0,01—3,0

Окончание таблицы 1

Линия компонентов, нм	Линия сравнения Zn, нм	Диапазон массовых долей, %
Sn 283,99 или 235,48 или 317,5	271,25	0,0007—0,05
Sb 287,79 или 231,15	271,25	0,01—0,4
Al 308,21 или 309,2	271,25	0,002—0,03
Примечание — Допускается применение других свободных от наложения аналитических линий, обеспечивающих метрологические характеристики результатов анализа, нормированные в настоящем стандарте.		

6.4 Обработка результатов

6.4.1 По два спектра стандартных образцов и по четыре спектра пробы фотографируют на одной фотопластинке. При помощи микрофотометра измеряют почернения аналитической линии определяемого компонента S_n и линии сравнения S_{Zn} и вычисляют разность $\Delta S = S_n - S_{Zn}$. По результатам фотометрирования стандартных образцов строят градуировочные графики для каждого определяемого компонента в координатах: $\Delta S - lgC$.

При этом по оси ординат откладывают разности почернений линии компонентов и линии сравнения, а по оси абсцисс — логарифмы концентраций соответствующих компонентов в стандартных образцах.

По вычисленным значениям

$$\Delta S_{ср1} = \frac{\Delta S_1 + \Delta S_2}{2} \text{ и } \Delta S_{ср2} = \frac{\Delta S_3 + \Delta S_4}{2}$$

по графику определяют массовую долю компонентов в пробе. Получают результаты двух параллельных определений.

Допускается для построения градуировочных графиков использовать полулогарифмическую бумагу и строить графики в координатах:

$$I — lgC,$$

где I — показания выходного измерительного прибора, пропорциональные логарифму интенсивности линий определяемого компонента и линий сравнения;

C — массовая доля компонентов в образце сравнения.

6.4.2 За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, полученных на одной фотопластинке по двум спектрограммам каждый, при фотографической регистрации спектра и среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений (из трех измерений каждое) X_1 и X_2 (n=2) при фотоэлектрической регистрации, если расхождение между ними не превышает значения предела повторяемости r, приведенные в таблице 2.

6.4.3 При получении результатов параллельных определений с расхождением более допускаемого r анализ пробы повторяют.

6.4.4 Если расхождение результатов параллельных определений вновь превышает значение предела повторяемости r, изучают причины возникновения отклонений с технической точки зрения. Если необходимо получение некоторого приемлемого значения и в случае превышения предела повторяемости, поступают в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (подраздел 5.2).

6.4.5 Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях (m=2), не должно превышать предел воспроизводимости R. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа и в качестве окончательного результата используют их общее среднее значение. Значения предела воспроизводимости R приведены в таблице 2.

При превышении предела воспроизводимости изучают причины возникновения отклонений и используют методы оценки приемлемости результатов анализа согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (пункты 5.3.2—5.3.4).

6.4.6 Результаты анализа представляют числовым значением, которое должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и числовое значение погрешности Δ, гарантируемое при применении метода анализа, установленного настоящим стандартом (таблица 2).

6.5 Характеристики погрешности анализа

Настоящий метод обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, значение которой не превышает значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 — Значения показателей и пределов повторяемости, воспроизводимости и погрешности (при доверительной вероятности $P = 0,95$)

В процентах

Определяемый компонент	Массовая доля компонента	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r	Предел повторяемости r	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R	Предел воспроизводимости R	Границы погрешности $\pm\Delta$
Железо	0,0010	0,00008	0,0002	0,00010	0,0003	0,0002
	0,0020	0,00016	0,0004	0,00020	0,0006	0,0004
	0,0040	0,00032	0,0009	0,00040	0,0011	0,0008
	0,0080	0,00064	0,0018	0,00080	0,0022	0,0016
	0,010	0,0008	0,002	0,0010	0,003	0,002
	0,020	0,0016	0,004	0,0020	0,006	0,004
	0,040	0,0032	0,009	0,0040	0,011	0,008
	0,080	0,0064	0,018	0,0080	0,022	0,016
	0,20	0,016	0,04	0,020	0,06	0,04
Кадмий	0,0010	0,00008	0,0002	0,00010	0,0003	0,0002
	0,0020	0,00016	0,0004	0,00020	0,0006	0,0004
	0,0040	0,00032	0,0009	0,00040	0,0011	0,0008
	0,0080	0,00064	0,0018	0,00080	0,0022	0,0016
	0,010	0,0008	0,002	0,0010	0,003	0,002
	0,020	0,0016	0,004	0,0020	0,006	0,004
	0,040	0,0032	0,009	0,0040	0,011	0,008
	0,080	0,0064	0,018	0,0080	0,022	0,016
	0,10	0,008	0,02	0,010	0,03	0,02
	0,20	0,016	0,04	0,020	0,06	0,04
	0,30	0,024	0,07	0,030	0,08	0,06
	0,40	0,032	0,09	0,040	0,11	0,08
Медь	0,00050	0,000040	0,00011	0,000050	0,00014	0,00010
	0,0010	0,00008	0,0002	0,00010	0,0003	0,0002
	0,0020	0,00016	0,0004	0,00020	0,0006	0,0004
	0,0040	0,00032	0,0009	0,00040	0,0011	0,0008
	0,0080	0,00064	0,0018	0,00080	0,0022	0,0016
	0,010	0,0008	0,002	0,0010	0,003	0,002
	0,020	0,0016	0,004	0,0020	0,006	0,004
	0,040	0,0032	0,009	0,0040	0,011	0,008
	0,080	0,0064	0,018	0,0080	0,022	0,016
	0,10	0,008	0,02	0,010	0,03	0,02
Олово	0,00070	0,000056	0,00015	0,000070	0,00020	0,00014
	0,0010	0,00008	0,0002	0,00010	0,0003	0,0002
	0,0020	0,00016	0,0004	0,00020	0,0006	0,0004
	0,0040	0,00032	0,0009	0,00040	0,0011	0,0008
	0,0080	0,00064	0,0018	0,00080	0,0022	0,0016
	0,010	0,0008	0,002	0,0010	0,003	0,002
	0,020	0,0016	0,004	0,0020	0,006	0,004
	0,050	0,0040	0,011	0,0050	0,014	0,010
Сурьма	0,010	0,0008	0,002	0,0010	0,003	0,002
	0,020	0,0016	0,004	0,0020	0,006	0,004
	0,040	0,0032	0,009	0,0040	0,011	0,008
	0,080	0,0064	0,018	0,0080	0,022	0,016
	0,10	0,008	0,02	0,010	0,03	0,02
	0,20	0,016	0,04	0,020	0,06	0,04
	0,40	0,032	0,09	0,040	0,11	0,08

Окончание таблицы 2

Определяемый компонент	Массовая доля компонента	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r	Предел повторяемости r	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R	Предел воспроизводимости R	Границы погрешности $\pm\Delta$
Свинец	0,0020	0,00010	0,0003	0,00014	0,0004	0,0003
	0,0030	0,00015	0,0004	0,00021	0,0006	0,0004
	0,0040	0,00020	0,0006	0,00028	0,0008	0,0005
	0,0080	0,00040	0,0011	0,00056	0,0015	0,0010
	0,010	0,0005	0,001	0,0007	0,002	0,001
	0,020	0,0010	0,003	0,0014	0,004	0,003
	0,040	0,0020	0,006	0,0028	0,008	0,005
	0,080	0,0040	0,011	0,0056	0,015	0,010
	0,10	0,005	0,01	0,007	0,02	0,01
	0,20	0,010	0,03	0,014	0,04	0,03
	0,30	0,012	0,03	0,015	0,04	0,03
	0,60	0,024	0,07	0,030	0,08	0,06
	1,00	0,04	0,11	0,05	0,14	0,10
	2,00	0,08	0,22	0,10	0,28	0,20
	3,00	0,12	0,33	0,15	0,42	0,30
Алюминий	0,0010	0,00010	0,0003	0,00011	0,0003	0,0002
	0,0020	0,00020	0,0006	0,00022	0,0006	0,0004
	0,0050	0,00050	0,0014	0,00055	0,0015	0,0011
	0,010	0,0010	0,003	0,0011	0,003	0,002
	0,020	0,0020	0,006	0,0022	0,006	0,004
	0,030	0,0030	0,008	0,0033	0,009	0,006

Примечание — Для промежуточных значений массовых долей компонентов r, R, σ_r, σ_R и Δ рассчитывают методом линейной интерполяции.

6.6 Оформление результатов анализа

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$X \pm \Delta; \quad P = 0{,}95,$$

где X — результат анализа, полученный при реализации метода настоящего стандарта;
$\pm\Delta$ — границы погрешности, приведенные в таблице 2;
P — доверительная вероятность.

6.7 Контроль точности и стабильности результатов анализа

Рекомендуемый порядок контроля точности и стабильности результатов при реализации метода анализа в лаборатории приведен в приложении А.

7 Атомно-эмиссионный метод с возбуждением спектра индуктивно связанной плазмой

7.1 Сущность метода

Метод основан на возбуждении спектра индуктивно связанной плазмой с последующей регистрацией излучения на длинах волн спектральных линий фотоэлектрическим способом. При проведении анализа используют зависимость интенсивностей спектральных линий компонентов от их массовых долей в пробе. Пробу предварительно растворяют в азотной кислоте.

7.2 Средства измерений, посуда, материалы, реактивы, растворы

Спектрометр атомно-эмиссионный с индуктивно связанной плазмой, программное обеспечение которого позволяет применять метод внутреннего стандарта.

Аргон по ГОСТ 10157.
Весы лабораторные по ГОСТ 24104.
Колбы мерные вместимостью 25, 50 и 100 см^3 по ГОСТ 1770.
Колбы конические вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 25336.
Пипетки градуированные вместимостью 1 и 5 см^3 по ГОСТ 29227.
Мензурки вместимостью 25 и 50 см^3 по ГОСТ 1770.
Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125 и разбавленная 1:1, 1:2 и 1:3.
Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849.
Кадмий марки Кд0 по ГОСТ 1467.
Медь марки М0 по ГОСТ 859.
Олово по ГОСТ 860 не ниже марки О1.
Свинец по ГОСТ 3778 не ниже марки С1.
Сурьма по ГОСТ 1089 не ниже марки Су00.
Кислота винная по ГОСТ 5817.
Кислота щавелевая по ГОСТ 22180.
Бериллия оксид.
Алюминий гранулированный ч.д.а.
Вода бидистиллированная или дистиллированная по ГОСТ 6709, дополнительно перегнанная в кварцевом аппарате или с использованием аппаратов по ГОСТ 28165.

Раствор А с известной концентрацией железа: 0,100 г порошка железа помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 1 мг железа.

Раствор Б с известной концентрацией кадмия: 0,100 г металлического кадмия помещают в стакан вместимостью 100 см^3, растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:2. Раствор кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 1 мг кадмия.

Раствор В с известной концентрацией меди: 0,100 г металлической меди в виде стружки помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют при слабом нагревании в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора В содержит 1 мг меди.

Раствор Г с известной концентрацией олова: 0,100 г металлического олова в виде опилок помещают в стакан вместимостью 100 см^3, добавляют 4 г щавелевой кислоты и 2—3 см^{3}азотной кислоты. Растворение ведут при комнатной температуре, затем при умеренном нагревании. После полного растворения добавляют 10 см^3 воды. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Г содержит 1 мг олова.

Раствор Д с известной концентрацией свинца: 0,100 г металлического свинца в виде кусочков помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют при слабом нагревании в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:2. Раствор кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Д содержит 1 мг свинца.

Раствор Е с известной концентрацией сурьмы: 0,100 г измельченной сурьмы помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и приливают 5 см^3 азотной кислоты. Стакан нагревают до перехода всей сурьмы в метасурьмяную кислоту. Не прекращая нагревание, добавляют 10 см ^{3} воды и 2 г винной кислоты. Прозрачный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Е содержит 1 мг сурьмы.

Раствор Ж с известной концентрацией алюминия: 0,100 г алюминия помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют при нагревании в 10—15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:3. Раствор кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Ж содержит 1 мг алюминия.

Многоэлементный раствор (МЭР-1) железа, кадмия, меди, олова, свинца, сурьмы и алюминия с концентрацией 100 мкг/см^3: по 5 см^3 растворов А, Б, В, Г, Д, Е и Ж переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Многоэлементный раствор (МЭР-2) железа, кадмия, меди, олова, свинца, сурьмы и алюминия с концентрацией 10 мкг/см^3: 5 см^3 раствора МЭР-1 переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор бериллия с концентрацией 100 мкг/см^3: к навеске 0,278 г оксида бериллия приливают 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до полного растворения. Переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Растворы, кроме МЭР-2, можно хранить в течение месяца. Раствор МЭР-2 готовят в день применения.

Раствор сравнения РС-0 (используют в качестве калибровочного бланка): 0,5 см^3 раствора бериллия помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор сравнения РС-1 с концентрацией железа, кадмия, меди, олова, свинца, сурьмы и алюминия 0,1 мкг/см^3: 0,5 см^3 раствора МЭР-2 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 0,5 см^3 раствора бериллия, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор сравнения РС-2 с концентрацией железа, кадмия, меди, олова, свинца, сурьмы и алюминия 1,0 мкг/см^3: 5,0 см^3 раствора МЭР-2 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 0,5 см^3 раствора бериллия, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор сравнения РС-3 с концентрацией железа, кадмия, меди, олова, свинца, сурьмы и алюминия 10,0 мкг/см^3: 5,0 см^3 раствора МЭР-1 помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 0,5 см^3 раствора бериллия, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор сравнения РС-Х (используют в качестве бланка реагента): 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 0,5 см^3 раствора бериллия, доводят до метки водой и перемешивают.

Растворы готовят в день применения.

Растворы проб: навеску пробы массой 1,000 г помещают в термостойкую коническую колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 0,5 см^3 раствора бериллия, доводят до метки водой и перемешивают. Одновременно с проведением анализа в тех же условиях проводят холостой опыт для внесения поправки в результат анализа. Число холостых опытов должно соответствовать числу параллельных навесок, взятых для анализа.

Допускается применять другие оборудование и реактивы с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

7.3 Проведение анализа

Спектрально-аналитический комплекс готовят к работе в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации.

Инструментальные параметры спектрометра устанавливают в пределах, обеспечивающих максимальную чувствительность определения массовых долей компонентов. Рекомендуемые аналитические линии приведены в таблице 3. Линия бериллия 313,042 нм в аналитической программе задается в качестве внутреннего стандарта.

Таблица 3

Наименование компонентов	Длина волны аналитической линии, нм
Железо	238,20; 239,56
Кадмий	214,43; 226,50
Медь	324,75; 224,69
Олово	189,92
Свинец	220,35; 283,30
Сурьма	206,83; 217,57
Алюминий	396,18

Градуировку спектрометра проводят перед началом измерений подготовленных проб. Для получения градуировочной характеристики измеряют интенсивность атомного излучения калибровочного бланка и не менее двух растворов сравнения. Определение градуировочной характеристики, коррекцию фона при возникновении матричных эффектов, учет влияния матрицы на результат измерения компонентов, обработку и хранение результатов анализа проводят при помощи программного обеспечения спектрометра. Следует избегать выбора точек коррекции фона для определяемого компонента в области, в которой возможно появление спектральных линий других интерферирующих компонентов.

Растворы холостого опыта анализируемых проб последовательно вводят в плазму и измеряют интенсивность аналитических линий определяемых компонентов. Для каждого раствора выполняют не менее двух измерений интенсивностей. Среднеарифметическое значение массовой концентрации определяемых компонентов (мкг/см^3) в растворе пробы считывают с монитора или печатающего устройства. Вклад холостого опыта учитывают с помощью программного обеспечения спектрометра.

7.4 Обработка результатов

7.4.1 Массовую долю компонентов X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{CV}{m\,1000}100, \qquad (1)$$

где C — массовая концентрация определяемого компонента в анализируемом растворе, мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы, мг;

1000 — коэффициент пересчета мг в мкг.

7.4.2 За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений X_1 и X_2 ($n = 2$), если расхождение между ними не превышает значения предела повторяемости r, приведенные в таблице 4.

7.4.3 При получении результатов параллельных определений с расхождением более допускаемого r анализ пробы повторяют.

7.4.4 Если расхождение результатов параллельных определений вновь превышает значение предела повторяемости r, изучают причины возникновения отклонений с технической точки зрения. Если необходимо получение некоторого приемлемого значения и в случае превышения предела повторяемости поступают в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (подраздел 5.2).

7.4.5 Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях ($m = 2$), не должно превышать предел воспроизводимости R. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа и в качестве окончательного результата используют их общее среднее значение. Значения предела воспроизводимости R приведены в таблице 4.

При превышении предела воспроизводимости изучают причины возникновения отклонений и используют методы оценки приемлемости результатов анализа согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (пункты 5.3.2—5.3.4).

7.4.6 Результаты анализа представляют числовым значением, которое должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и числовое значение погрешности Δ, гарантируемое при применении метода анализа, установленного настоящим стандартом (таблица 4).

7.5 Характеристики погрешности анализа

Настоящий метод обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, значение которой не превышает значений, приведенных в таблице 4.

Таблица 4 — Значения показателей и пределов повторяемости, воспроизводимости и погрешности (при доверительной вероятности $P = 0,95$)

В процентах

Определяемый компонент	Массовая доля компонента	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r	Предел повторяемости r	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R	Предел воспроизводимости R	Границы погрешности $\pm\Delta$
Свинец	0,0010	0,00011	0,0003	0,00014	0,0004	0,0003
	0,0025	0,00014	0,0004	0,00018	0,0005	0,0004
	0,0050	0,00018	0,0005	0,00022	0,0006	0,0004
	0,010	0,0007	0,002	0,0007	0,002	0,001
	0,025	0,0011	0,003	0,0014	0,004	0,003
	0,050	0,0018	0,005	0,0022	0,006	0,004
	0,10	0,0058	0,016	0,007	0,02	0,014
	0,25	0,011	0,03	0,014	0,04	0,03
	0,50	0,018	0,05	0,022	0,06	0,04
	1,00	0,04	0,11	0,051	0,14	0,10
	3,00	0,09	0,25	0,11	0,30	0,21
Олово	0,0007	0,00005	0,00015	0,00007	0,0002	0,00014
	0,0010	0,00011	0,0003	0,00011	0,0003	0,0002
	0,0025	0,00014	0,0004	0,00018	0,0005	0,0004
	0,0050	0,00025	0,0007	0,00029	0,0008	0,0006
	0,010	0,0007	0,002	0,0011	0,003	0,002
	0,025	0,0014	0,004	0,0018	0,005	0,004
	0,050	0,0025	0,007	0,0029	0,008	0,006
Медь	0,0005	0,00004	0,00011	0,000051	0,00014	0,0001
	0,0010	0,00007	0,0002	0,00007	0,0002	0,00014
	0,0025	0,00011	0,0003	0,00014	0,0004	0,0003
	0,0050	0,00025	0,0007	0,00029	0,0008	0,0006
	0,010	0,0007	0,002	0,0007	0,002	0,001
	0,025	0,0011	0,003	0,0014	0,004	0,003
	0,050	0,0025	0,007	0,0029	0,008	0,006
	0,10	0,007	0,02	0,007	0,02	0,014
Железо	0,0010	0,00011	0,0002	0,00011	0,0003	0,0002
	0,0025	0,00014	0,0004	0,00018	0,0005	0,0004
	0,0050	0,00025	0,0007	0,00029	0,0008	0,0006
	0,010	0,0007	0,002	0,0007	0,002	0,001
	0,025	0,0014	0,004	0,0018	0,005	0,004
	0,060	0,0025	0,007	0,0029	0,008	0,006
	0,10	0,007	0,02	0,007	0,02	0,01
	0,20	0,014	0,04	0,018	0,05	0,04
Кадмий	0,0010	0,00011	0,0003	0,00011	0,0003	0,0002
	0,0025	0,00011	0,0003	0,00014	0,0004	0,0003
	0,0050	0,00025	0,0007	0,00029	0,0008	0,0006
	0,010	0,00047	0,0013	0,00058	0,0016	0,0011
	0,025	0,0011	0,003	0,0014	0,004	0,003
	0,050	0,0025	0,007	0,0029	0,008	0,006
	0,10	0,0036	0,01	0,007	0,02	0,01
	0,20	0,011	0,03	0,014	0,04	0,03
	0,40	0,018	0,05	0,022	0,06	0,04

Окончание таблицы 4

Определяемый компонент	Массовая доля компонента	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r	Предел повторяемости r	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R	Предел воспроизводимости R	Границы погрешности $\pm\Delta$
Сурьма	0,0010	0,00011	0,0003	0,00014	0,0004	0,0003
	0,0025	0,00014	0,0004	0,00018	0,0005	0,0004
	0,0060	0,00025	0,0007	0,00029	0,0008	0,0006
	0,010	0,0007	0,002	0,0007	0,002	0,001
	0,025	0,0014	0,004	0,0018	0,005	0,004
	0,050	0,0025	0,007	0,0029	0,008	0,006
	0,10	0,0036	0,01	0,007	0,02	0,01
	0,20	0,007	0,02	0,014	0,04	0,02
	0,40	0,025	0,07	0,029	0,08	0,06
Алюминий	0,0010	0,00011	0,0003	0,00011	0,0003	0,0002
	0,0025	0,00011	0,0003	0,00014	0,0004	0,0003
	0,0050	0,00025	0,0007	0,00029	0,0008	0,0006
	0,010	0,00029	0,0008	0,00036	0,001	0,0007
	0,025	0,0011	0,003	0,0011	0,003	0,002
	0,050	0,0018	0,005	0,022	0,006	0,004

Примечание — Для промежуточных значений массовых долей компонентов r, R, σ_r, σ_R и Δ рассчитывают методом линейной интерполяции.

7.6 Оформление результатов анализа

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$X \pm \Delta; \quad P = 0{,}95,$$

где X — результат анализа, полученный при реализации метода настоящего стандарта;

$\pm\Delta$ — границы погрешности, приведенные в таблице 4;

P — доверительная вероятность.

7.7 Контроль точности и стабильности результатов анализа

Рекомендуемый порядок контроля точности и стабильности результатов при реализации метода анализа в лаборатории приведен в приложении А.

Приложение А
(рекомендуемое)

Контроль точности и стабильности результатов анализа

А.1 Оперативный контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа цинка включает в себя контроль правильности, воспроизводимости, промежуточной прецизионности и повторяемости.

Периодичность проведения контроля устанавливают в каждой лаборатории в зависимости от количества выполняемых определений каждого компонента и состояния аналитических работ (смена реактивов, растворов, средств измерений, длительный перерыв в работе и т. д.).

При неудовлетворительных результатах контроля процедуру контроля точности анализа повторяют. При повторном получении отрицательных результатов выясняют причины неудовлетворительных результатов контроля и устраняют их.

А.1.1 Оперативный контроль повторяемости

Образцами для контроля являются анализируемые пробы.

Норматив контроля — предел повторяемости *r*.

Для контроля повторяемости сравнивают расхождения результатов параллельных определений, полученные при анализе пробы.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия

$$|X_1 - X_2| \le r, \qquad (A.1)$$

где X_1 и X_2 — значения результатов двух параллельных определений;

r — значение предела повторяемости, нормированное в методике анализа.

А.1.2 Оперативный контроль промежуточных показателей прецизионности

Образцами для контроля являются анализируемые пробы.

Норматив контроля — значение предела внутрилабораторной прецизионности R_W, вычисляемое по формуле

$$R_W = 2{,}8\sigma_W, \qquad (A.2)$$

где σ_W — показатель прецизионности (среднеквадратическое отклонение результатов измерений), установленный лабораторией для конкретных регламентированных условий (в условиях изменчивости одного или нескольких факторов: время, калибровка, оператор, оборудование) по ГОСТ ИСО 5725-3.

Для контроля промежуточных показателей прецизионности сравнивают два результата анализа одной и той же пробы, полученные в одной и той же лаборатории одним и тем же методом в разных условиях.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \le R_W, \qquad (A.3)$$

где $\bar{X}_1$ и $\bar{X}_2$ — результаты анализа пробы;

R_W — норматив контроля, вычисляемый по формуле (А.2).

А.1.3 Оперативный контроль воспроизводимости

Образцами для контроля являются анализируемые пробы.

Норматив контроля — предел воспроизводимости *R*, нормированный в методике анализа.

Для контроля воспроизводимости сравнивают два результата анализа одной и той же пробы, полученные одним и тем же методом в разных лабораториях разными операторами с использованием различного оборудования.

Контроль воспроизводимости проводят при возникновении спорных ситуаций:

- между двумя лабораториями;
- при проверке совместимости результатов определений, полученных при сравнительных испытаниях (при проведении аккредитации лабораторий и инспекционного контроля).

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия

$$|\bar{X}_1' - \bar{X}_2'| \le R, \qquad (A.4)$$

где $\bar{X}_1'$ и $\bar{X}_2'$ — результаты анализов, полученные в условиях воспроизводимости;

R — значение предела воспроизводимости, нормированное в методике анализа.

Если предел воспроизводимости превышен, необходимо выяснить причину расхождений с технической точки зрения (разница в испытуемых образцах, систематическая погрешность и др.).

А.1.4 Оперативный контроль правильности

Контроль правильности проводят с помощью стандартных образцов состава цинка или по альтернативному (независимому) методу.

Норматив контроля — критическое значение K (K_{CO} или K_K).

А.1.4.1 Оперативный контроль правильности по стандартным образцам

Образцами для контроля являются стандартные образцы, разработанные согласно ГОСТ 8.315.

Одновременно с анализом проб, в соответствии со стандартами на методы анализа, проводят анализ стандартного образца состава цинка. Содержание определяемого компонента в стандартном образце и анализируемой пробе не должно отличаться более чем в два раза.

Результат анализа стандартного образца сравнивают со значением аттестованной характеристики стандартного образца.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия

$$\left|\bar{X} - \bar{X}_{ат}\right| \le K_{CO}, \qquad (А.5)$$

где $\bar{X}$ — результат анализа определяемого компонента в стандартном образце, полученный из результатов n единичных определений;

$\bar{X}_{ат}$ — значение аттестованной характеристики стандартного образца;

K_{CO} — критическое значение, вычисляемое по формуле

$$K_{CO} = 2\sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2\left(1 - \frac{1}{n}\right) + S_{(A)}^2}, \qquad (А.6)$$

где σ_R — среднеквадратическое отклонение воспроизводимости;

σ_r — среднеквадратическое отклонение повторяемости;

n — число результатов единичных определений аттестованной характеристики стандартного образца;

$S_{(A)}$ — оценка среднеквадратического отклонения значения аттестованной характеристики стандартного образца.

А.1.4.2 Оперативный контроль правильности по альтернативному (независимому) методу

Образцами для контроля являются анализируемые пробы.

Сравнивают результаты анализа одних и тех же проб, полученные по двум принципиально различающимся методам, установленным в стандартах на методы анализа, или по стандартизованному и какому-либо другому аттестованному методу, имеющему погрешность, не превышающую погрешность стандартизованного метода.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия

$$\left|\bar{X}_1 - \bar{X}_2\right| \le K_K, \qquad (А.7)$$

где $\bar{X}_1$ и $\bar{X}_2$ — результаты анализа, полученные по контролируемому и контрольному методам соответственно;

K_K — критическое значение, вычисляемое по формуле

$$K_K = 2S, \qquad (А.8)$$

где S — оценка общего среднеквадратического отклонения для контролируемого и контрольного методов;

$$S = \sqrt{S_1^2 + S_2^2}, \qquad (А.9)$$

где S_1 и S_2 — оценки среднеквадратических отклонений контролируемого и контрольного методов соответственно:

$$S_1 = \sqrt{\sigma_{R_1}^2 - \sigma_{r_1}^2\left(1 - \frac{1}{n_1}\right)}; \qquad (А.10)$$

$$S_2 = \sqrt{\sigma_{R_2}^2 - \sigma_{r_2}^2\left(1 - \frac{1}{n_2}\right)}. \qquad (А.11)$$

где σ_{R_1} и σ_{R_2} — среднеквадратические отклонения воспроизводимости контролируемого и контрольного методов соответственно;

σ_{r_1} и σ_{r_2} — среднеквадратические отклонения повторяемости контролируемого и контрольного методов соответственно;

n_1 и n_2 — число результатов единичных определений по контролируемому и контрольному методам соответственно.

А.2 Контроль стабильности результатов анализа в пределах лаборатории

Процедуры и периодичность контроля стабильности получаемых результатов анализа в пределах лаборатории проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6 (раздел 6) и рекомендаций [7], используя контрольные карты Шухарта или контрольные карты кумулятивных сумм.

Библиография

[1] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 61—2003 — Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

[2] Правила устройства электроустановок (утверждены Главгосэнергонадзором, 1985, 6-е изд.)

[3] Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей (утверждены Главгосэнергонадзором 21.12. 84, 1988, 4-е изд.)

[4] Правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей (утверждены Главгосэнергонадзором 21.12. 84, 1988, 4-е изд.)

[5] Санитарные правила и нормы СанПиН 3183—84. Утверждены Минздравом СССР 29.12.1984 г. — Порядок накопления, транспортировки, обезвреживания и захоронения токсичных промышленных отходов

[6] Строительные нормы и правила СНиП 2.09.04—87 — Административные и бытовые здания

[7] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 76—2004 — Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 669.5:543.423:006.354 МКС 77.120.60 В59

Ключевые слова: цинк, железо, кадмий, медь, олово, свинец, сурьма, алюминий, анализ, массовая доля, атомно-эмиссионный спектральный анализ, дуговой разряд, индуктивно связанная плазма

Редактор *А.А. Лиске*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *К.Л. Чубанова*

Сдано в набор 27.06.2016. Подписано в печать 07.07.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,05. Тираж 35 экз. Зак. 1595.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru