

Изменение № 1 ГОСТ 23189—78 Алюминий первичный. Спектральный метод определения мышьяка и свинца

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14.06.89 № 1580

Дата введения 01.01.90

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает метод спектрального определения мышьяка (при массовой доле от 0,001 до 0,015 %) и свинца (при массовой доле от 0,01 до 0,15 %) в первичном алюминии».

Пункт 1.1. Второй абзац после формулы $I_g = \frac{I_a}{I_{cp}} - \lg C$ дополнить формулой: $\Delta S - C$ (при $\Delta S \leq 0,50$).

Пункт 1.4 изложить в новой редакции: «1.4. При проведении анализа используют государственные, отраслевые стандартные образцы или стандартные образцы предприятия. Для контроля правильности результатов анализа используют ГСО».

Пункт 2.1. Второй абзац. Исключить слова: «или медный»; заменить слова: «с радиусом 3 мм» на «с радиусом 3—6 мм, конус с углом заточки 120° или усеченный конус с площадкой диаметром 1—2 мм с углом заточки 40—60°. Допускается отбор проб в форме цилиндра для анализа с применением квантометра»;

третий абзац. Заменить слова: «окиси алюминия» на «оксида алюминия».

Пункты 2.1, 3.2, 3.3. Заменить ссылку: ГОСТ 3221—75 на ГОСТ 3221—85.

Пункт 3.2. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «Генератор типа ИВС-23, ИВС-28, УГЭ-4. Допускается применять другие источники возбуждения спектра, обеспечивающие требуемый режим работы при проведении анализа.

Микрофотометр типа ИФО-460, МФ-2 или С-2»;

четвертый абзац дополнить словами: «по ТУ 16583—240—74»;

дополнить абзацем: «Допускается применять другую аппаратуру и материалы, обеспечивающие точность результатов анализа не хуже регламентируемой данным методом»;

(Продолжение см. с. 74)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23189—78)

заменить ссылки: ГОСТ 10691.0-73 — ГОСТ 10691.4-73 на ГОСТ 10691.0-84 — ГОСТ 10691.4-84; ГОСТ 5556—75 на ГОСТ 5556—81, ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 3.3. Таблица 1. Графу «Свинец» для параметра «Координаты градуировочного графика» дополнить координатами: $\Delta S-C$.

Пункты 3.4.2, 3.4.3 изложить в новой редакции: «3.4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое параллельных определений (\bar{C})

$$\bar{C} = \frac{\bar{C}_1 + \bar{C}_2}{2} ,$$

где \bar{C}_1, \bar{C}_2 — единичные результаты определения массовой доли компонента, полученные на первой и второй фотопластинке в одну смену.

Расхождение двух единичных результатов анализа (d — показатель сходимости), полученных с использованием одного источника возбуждения спектров, не должно превышать при доверительной вероятности $P=0,95$ значения допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

$$|\bar{C}_1 - \bar{C}_2| < d .$$

Расхождение двух единичных результатов анализа (D — показатель воспроизводимости), полученных в разные смены, не должно превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Расхождение единичного результата (X) определения массовой доли примесей в стандартных образцах, используемых для контроля точности анализа, спектры которых одновременно фотографируют со спектрами анализируемых проб, и аттестованного значения массовой доли примеси $C_{атт}$, не должно превышать значений d , приведенных в табл. 2.

$$|X - C_{атт}| \leq d .$$

3.4.3. При расхождении единичных результатов анализа C_1 и C_2 более чем на значение d , анализ следует повторить (с учетом двух выполненных определений), установив необходимое число параллельных определений n по формуле

$$n = 2 \frac{(d')^2}{(d)^2} ,$$

(Продолжение см. с. 75)

где d' — расхождения единичных результатов определений, полученных при выполнении анализа;

d — установленные значения величин допускаемых расхождений (по табл. 2).

За окончательный результат принимается среднее арифметическое из n единичных определений при доверительном интервале, соответствующем доверительному интервалу среднего арифметического, которое было бы получено при соответствии $|\bar{C}_1 - \bar{C}_2|$ нормативам табл. 2.

Таблица 2

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %			
		параллельных определений d		двух результатов анализа D	
		Спектрографический метод	Фотоэлектрический метод	Спектрографический метод	Фотоэлектрический метод
Мышьяк	Св. 0,001 до 0,003	0,0020	0,0015	0,003	0,003
	» 0,003 » 0,006	0,0030	0,0015	0,005	0,003
	» 0,006 » 0,015	0,0050	0,0015	0,005	0,003
Свинец	Св. 0,01 до 0,05	0,02	0,02	0,04	0,04
	» 0,05 » 0,10	0,04	0,04	0,06	0,06
	» 0,10 » 0,15	0,03	0,03	0,06	0,06

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.4.4, 3.4.5: «3.4.4. Контроль воспроизводимости результатов анализа выполняют не реже 1 раза в квартал.

Если расхождение результатов первичного и повторного анализов превосходит значения, приведенные в табл. 2, не более чем в 5 % случаев, воспроизводимость спектрального метода считают удовлетворительной.

Для повторных определений необходимые объемы контрольных выборок устанавливают по ОСТ 48—292—86.

3.4.5. Контроль правильности результатов анализа осуществляют по государственным стандартным образцам (ГСО), проведя его через весь ход анализа в соответствии с п. 3.3.

(Продолжение см. с. 76)

Контроль правильности результатов анализа необходимо проводить после длительного перерыва в работе, ремонта оборудования.

Правильность анализа, кроме контроля с применением ГСО, проверяют также химическим методом по ГОСТ 12697.11—77 и ГОСТ 12697.12—77.

Совпадение двух методов можно считать удовлетворительным, если соблюдается условие $|\bar{X}_{\text{сп}} - \bar{X}_{\text{хим}}| \leq 0,5(d_{\text{сп}} + d_{\text{хим}})$,

где $\bar{X}_{\text{сп}}$ и $\bar{X}_{\text{хим}}$ — массовая доля компонента, определенная спектральным и химическим методами, соответственно, %;

$d_{\text{сп}}$, $d_{\text{хим}}$ — показатели сходимости для спектрального и химического методов, приведенные в соответствующих стандартах, %.

Допускается применение других методов по аттестованным методикам с метрологическими характеристиками, не уступающими данному стандарту».

Пункт 4.2. Второй абзац дополнить обозначениями: МФС-6, МФС-8;

третий абзац дополнить обозначениями: УГЭ-4, ИВС-28, ИВС-23;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Допускается использование другой аппаратуры, оборудования, материалов и реактивов, при условии получения метрологических характеристик, не хуже установленных настоящим стандартом. Аппаратура должна быть аттестована в соответствии с ГОСТ 8.326—78 и документацией ведомственной метрологической службы».

Пункт 4.4.1 изложить в новой редакции: «4.4.1. Обработку результатов выполняют по п. 3.4. Массовую долю элемента в анализируемом образце определяют по градуировочному графику, построенному в координатах $n - C$ или $n - \lg C$ ».

За результат анализа принимают среднее арифметическое параллельных определений (\bar{C})

$$\bar{C} = \frac{\bar{C}_1 + \bar{C}_2}{2},$$

где \bar{C}_1 и \bar{C}_2 — единичные результаты определения массовой доли компонента, полученные в одну смену.

Допускаемые расхождения, характеризующие сходимость и воспроизводимость результатов анализа, приведены в табл. 2.

При определении массовой доли мышьяка вблизи границы марки алюминия по ГОСТ 11069—74, количество необходимых параллельных определений рассчитывают по ГОСТ 3221—85».

Пункт 4.4.2 исключить.

(ИУС № 9 1989 г.)