

Группа В59

Изменение № 1 ГОСТ 9717.1—82 Медь. Метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотоэлектрической регистрацией спектра

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 03.11.92 № 1481

Дата введения 01.07.93

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Вводная часть. Первый абзац. Исключить марку: М16;

третий абзац. Перечень определяемых элементов дополнить словом и значением:

«Фосфор 0,001—0,06»;

четвертый абзац. Заменить слова: «Сходимость метода» на «Метод»; таблицу 1 дополнить элементом «Фосфор» и соответствующими значениями S_r :

0,12 (для 0,0001—0,003); 0,10 (для 0,003—0,01), 0,08 (для 0,01—0,03), 0,06 (для 0,03—0,1), — (для свыше 0,1).

Пункт 1.1 изложить в новой редакции:

«1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—87.

Отбор проб для анализа — по ГОСТ 546—88 или ГОСТ 193—79».

Раздел 1 дополнить пунктами — 1.2, 1.3:

«1.2. Массовую долю элементов определяют из двух параллельных определений.

1.3. Требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 27981.0—88».

Раздел 2. Первый абзац. Заменить слова: «и др.» на «или ДФС-56, или МФС-8 или другого типа»;

третий абзац. Заменить слова: «внутреннего стандарта» на «линии сравнения»; «внутренних стандартов» на «линий сравнения»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Электроды из меди марок МОБ или М1 — по ГОСТ 859—78 диаметром 7—8 мм, заточенные на полусферу или усеченный конус, с площадкой диаметром 1,5—1,7 мм.

(Продолжение см. с. 32)

(Продолжение изменение № 1 к ГОСТ 9717.1—82)

Электроды из угля марки ОСЧ диаметром 6 мм, заточенные на полусферу или усеченный конус;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «Стандартные образцы состава меди для спектрального анализа»;

девятый абзац. Исключить слова: «Аттестационный анализ СОП должен осуществляться с привлечением не менее двух принципиально разных методов»;

десятый абзац изложить в новой редакции: «Допускается применение другой аппаратуры, оборудования и материалов при условии обеспечения метрологических характеристик анализов, не хуже предусмотренных настоящим стандартом.»;

последний, предпоследний абзацы исключить;

дополнить абзацами:

«Тигли графитовые.

Электропечь муфельная с терморегулятором.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87. Расход спирта на одно определение 10 г.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:10.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72».

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова: «не менее» на «более»; дополнить словами: «Масса навесок пробы и СО должна различаться между собой не более чем в два раза»;

четвертый абзац. Заменить значение: 1200—1250 на (1225 ± 25) .

Пункт 4.1. Первый абзац после слов «под медный» дополнить словами: «или угольный»;

второй абзац. Заменить значение и слово: 10—15 на 10—35, «отсчетов» на «измерений»;

третий абзац. Заменить слова: «внутренних стандартов» на «сравнения»; заменить слова: «в табл. 2» на «в табл. 2 и 3»;

таблица 2. Головка. Заменить слова: «внутреннего стандарта» на «сравнения»;

дополнить таблицей — 3:

(Продолжение см. с. 33)

Таблица 3

Определяемый элемент	Длина волны линии элемента, определяемого на приборе, нм	
	ДФС-36	МФС-8
Висмут	306,772	306,772
Железо	302,064	259,940
Кремний	288,158	251,611
Магний	279,553	280,270
Марганец	403,076	293,344
Мышьяк	234,984	234,984
Никель	341,477	341,477
Олово	317,505	317,505
Свинец	405,782	283,307
Серебро	338,289	338,289
Сурьма	259,809	217,588
Фосфор	253,339	253,339
Хром	425,434	267,799
Цинк	472,216	334,505

Примечание. Линией сравнения является фон 228,3 нм.

четвертый абзац. Заменить слова: «внутренних стандартов» на «сравнения», «сходимость повторных результатов» на «метрологические характеристики».

Раздел 5 изложить в новой редакции:

«5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Градуировочные графики строят в координатах $n - \lg C$ или $n - C$,

где C — массовая доля определяемого элемента в СО;

n — показания выходного измерительного прибора, пропорциональные логарифму относительной интенсивности линий определяемого элемента и линии сравнения (фон или медь).

Основной метод для построения графиков — метод «трех эталонов». Допускается применение других методов построения графика, например, метод твердого градуировочного графика, метод контрольного эталона или по уравнению этих графиков при обработке на ЭВМ.

5.2. Массовую долю определяемых элементов в пробе находят по градуировочному графику по значению n , вычисленному по двум (трем) измерениям n .

5.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если расхождение между ними при доверительной вероятности $P=0,95$ не превышает величины, рассчитанной по формуле

$$d_n = 2,77 \bar{X} \cdot S_r,$$

где \bar{X} — среднее арифметическое двух параллельных определений, %;

S_r — относительное стандартное отклонение.

Если расхождение превышает d_n , анализ повторяют из новых навесок той же пробы. В случае повторного расхождения анализируют новую пробу.

5.4. Воспроизводимость результатов первичного и повторного анализов считают удовлетворительной, если расхождение результатов двух анализов не превышает величины, рассчитанной по формуле

$$D = 1,41 d_n.$$

5.5. Контроль точности результатов анализа — по ГОСТ 25086—87 по стандартным образцам состава меди периодически не реже одного раза в квартал».

(ИУС № 2 1993 г.)