Группа В59

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ЦВЕТНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ СПЛАВЫ

Общие требования к методам анализа

Nonferrous metals and their alloys.
General requirements for methods of analysis

ГОСТ 25086—87

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.88

1. Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам анализа цветных металлов и их сплавов.

Настоящий стандарт не распространяется на твердые сплавы и на металлы и сплавы высокой чистоты.

2. Отбор и подготовка проб металлов и сплавов проводятся по ГОСТ 24231 или по нормативно-технической документации на конкретную продукцию.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. Для проведения анализа применяют мерную лабораторную стеклянную посуду не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29251, ГОСТ 29227 (бюретки, пипетки) и ГОСТ 1770 (цилиндры, мензурки, колбы и пробирки), посуду и оборудование по ГОСТ 25336, фарфоровую посуду и оборудование (тигли, лодочки, вставки для эксикаторов и др.) по ГОСТ 9147, посуду из прозрачного кварцевого стекла (тигли, колбы, пробирки и др.) по ГОСТ 19908, а также тигли и чашки из платины по ГОСТ 6563, посуду из стеклоуглерода марки СУ-2000.

4. Применяемые стандартизованные средства измерений должны пройти государственную поверку. Применяемые нестандартизованные аналитические приборы и аналитические комплексы универсального назначения должны проходить аттестацию и поверку по РД 50—674, МИ 1788 и ГОСТ 8.326*.

Допускается применение наряду со средствами измерения, регламентированными в конкретном стандарте на метод анализа, других средств измерения данного типа, обеспечивающих метрологические характеристики результатов анализа, нормированные в методике анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. Применяемые реактивы должны иметь квалификацию не ниже «чистые для анализа». Допускается применение реактивов более низкой квалификации при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов анализа, нормированных в методике анализа. Обязательное применение реактивов более высокой квалификации оговаривается в методике анализа.

6. Для приготовления растворов и при проведении анализов применяется дистиллированная вода по ГОСТ 6709, если не предусмотрена другая.

7. В выражении «разбавленный 1:1, 1:2 и т.д.» и обозначении (1:1), (1:2) и т. д. первые цифры означают объемную часть разбавляемого реактива (например концентрированной кислоты), вторые — объемную часть используемого растворителя (например воды, бутанола и т.п.).

8. Содержание вещества в растворах выражают:

относительной плотностью (d) с указанием вещества, по которому приводится плотность;

массовой концентрацией, г/дм^3 или г/см^3;

молярной концентрацией, моль/дм^3.

---

* На территории Российской Федерации действуют ПР 50.2.009—94.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Содержание вещества в металлах и сплавах выражают массовой долей, %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9. Если в методике анализа не указана концентрация или степень разбавления раствора реактива (кислота, щелочь и т. д.), то имеется в виду концентрированный раствор реактива.

10. Массовую концентрацию растворов титранта устанавливают не менее чем по трем аликвотным частям раствора или трем навескам материала с известным содержанием определяемого компонента. Концентрацию растворов определяемого компонента при ее нахождении методом титрования устанавливают не менее чем по трем аликвотным частям раствора.

Точность приведения массовой концентрации определяется конкретными условиями приготовления и назначением раствора.

11. Для приготовления растворов с известной концентрацией металлов применяют металлы и их соединения, содержащие не менее 99,9 % основного вещества.

12. Взвешивание анализируемого вещества, вещества для приготовления растворов с известной концентрацией металлов и осадков в гравиметрическом анализе проводится, если это специально не оговорено в методике анализа, на весах, имеющих погрешность измерений не более 0,0002 г.

10—12. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

13. При приготовлении растворов и проведении анализа после каждого добавления реактива раствор перемешивают.

14. Обозначение «горячая» вода (раствор) означает, что вода (раствор) имеет температуру свыше 70 °С, в других случаях температура воды (раствора) должна быть указана в методике анализа.

15. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений. Число параллельных определений, усредняемых при вычислении результата анализа, указывается в методике анализа.

Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение величины допускаемого расхождения результатов параллельных определений, указанной в методике анализа.

16. Если параллельно с проведением анализа в тех же условиях проводят контрольный опыт для внесения соответствующей поправки в результаты анализа, то число параллельных определений при контрольном опыте должно соответствовать числу параллельных определений, указанному в методике анализа.

Поправку результатов определения на результат контрольного опыта проводят вычитанием значения контрольного опыта из результата определения при анализе пробы.

17. Расхождение наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений при анализе пробы или в контрольном опыте при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать допускаемого расхождения ($d_п$ — сходимость), значение которого приводится в методике анализа.

Допускается представлять $d_п$ для отдельных массовых долей с расчетом значения $d_п$ для промежуточных массовых долей путем линейной интерполяции.

Допускается приведение $d_п$ в виде уравнений или таблицы, включающей весь интервал массовых долей определяемого компонента, установленный в методике анализа и разбитый на подынтервалы, внутри которых соответствующие значения $d_п$ могут быть приняты постоянными.

Если расхождение наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений превышает значение $d_п$, нормированное в методике анализа, то анализ повторяют.

Если в этом случае расхождение наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений превышает нормированное значение $d_п$, то выполнение анализа по данной методике прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших наблюдаемое расхождение.

18. Расхождение результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях, а также в одной лаборатории, но в различных условиях, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать допускаемого расхождения (D) двух результатов анализа (D — воспроизводимость), устанавливаемого экспериментально и указываемого в методике анализа.

19. Точность анализа контролируют с помощью государственных стандартных образцов состава (ГСОС). При отсутствии ГСОС контроль точности анализа допускается проводить по отраслевым стандартным образцам (ОСО) или по стандартным образцам предприятия (СОП), утвержденным по ГОСТ 8.315.

Допускается проводить контроль точности анализа методом добавок, анализом синтетических смесей и сравнением результата анализа с результатом анализа той же пробы, полученным по другой, не менее точной стандартизованной или аттестованной методике анализа.

20. Контроль точности анализа по стандартным образцам проводят путем анализа самого образца, химический состав которого соответствует требованиям стандарта или другой нормативно-технической документации на состав контролируемого материала проб по методике анализа.

Массовую долю определяемого компонента в стандартном образце находят из числа параллельных определений, регламентированных методикой анализа.

Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений принимают за воспроизведенную массовую долю определяемого компонента в стандартном образце.

Расхождение наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений при анализе стандартного образца не должно превышать значения d_n, приведенного в методике анализа.

Анализ проб считается точным, если результат анализа стандартного образца на содержание данного компонента отличается от аттестованной характеристики не более чем на значение 0,71 D, которое приводится в методике анализа.

Если указанная выше разность между найденным и аттестованным значениями массовых долей не выполняется, то проведение анализов по данной методике прекращают до выяснения причин, вызвавших наблюдаемое смещение.

За окончательный результат анализа принимают результат, удовлетворяющий требованиям п. 17, при условии удовлетворения требований п. 20.

21. Контроль точности анализа методом добавок осуществляют нахождением массовой доли определяемого компонента в анализируемом материале после добавления соответствующей навески чистого металла или аликвотной части стандартного раствора определяемого компонента в пробе до проведения анализа.

Массу добавки (объем стандартного раствора) выбирают таким образом, чтобы аналитический сигнал определяемого компонента увеличился в 2—3 раза по сравнению с данным аналитическим сигналом в отсутствие добавки.

Для пробы с добавкой должны выполняться условия анализа, предусмотренные методикой анализа.

В тех случаях, если массовая доля определяемого компонента в пробе с добавкой превышает верхнюю границу интервала массовых долей, регламентированных методикой анализа, необходимо ее привести к массовым долям, отвечающим этому интервалу.

Это достигается соответствующим разбавлением раствора анализируемой навески пробы или варьированием навески.

Определение массовой доли компонента в пробе с добавкой проводят из того же числа параллельных определений, что и при анализе проб. Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений принимают за массовую долю данного компонента в пробе с добавкой. Найденную величину добавки находят как разность между найденными массовыми долями этого компонента в пробе с добавкой и в пробе без добавки.

Расхождение наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений компонента в пробе с добавкой не должно превышать значения d_n, нормированного в методике анализа.

Анализ проб считается точным, 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 — допускаемое расхождение двух результатов анализа для пробы и пробы с добавкой, соответственно.

За окончательный результат анализа проб принимают результат, удовлетворяющий требованиям п. 17, при условии удовлетворения требований п. 21.

22. Контроль точности анализа проб по синтетическим смесям проводится путем воспроизведения введенной в эту смесь массовой доли определяемого компонента по методике анализа.

Определение массовой доли компонента в синтетической смеси проводят одновременно с анализом проб из того же числа параллельных определений, установленных методикой анализа.

Расхождение наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений данного компонента при анализе синтетической смеси не должно превышать значения d_n, нормированного в методике анализа.

Анализ проб считается точным, если воспроизведенная массовая доля данного компонента в

синтетической смеси отличается от введенной в смесь ее массовой доли не более чем на значение 0,71 D, которое приводится в методике анализа.

Если указанная выше разность между воспроизведенной и введенной массовыми долями компонента не выполняется, то проведение анализов по данной методике прекращают до выяснения причин, вызвавших наблюдаемое смещение.

За окончательный результат анализа принимают результат, удовлетворяющий требованиям п. 17, при условии удовлетворения требований п. 22.

23. Контроль точности анализа проб проводят путем их сопоставления с результатами анализа тех же проб, полученных по другой методике, включенной в стандарт на метод анализа или аттестованной по ГОСТ 8.010* и имеющей погрешность, не превышающую погрешность контролируемой методики.

Анализ проб считается точным при выполнении разности $0{,}71\sqrt{D_1{}^2 + D_2{}^2}$, где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения двух результатов анализа, численные значения которого регламентированы в конкретных контролируемой и контрольной методиках анализа.

За окончательный результат анализа принимают результат, удовлетворяющий требованиям п. 17 при условии удовлетворения требований п. 23.

24. Градуировочные графики строят в прямоугольных координатах. По оси абсцисс откладывают массу или массовую долю, или концентрацию в процентах определяемого компонента или функцию от нее, а по оси ординат — значение аналитического сигнала, измеренный параметр или функцию от него.

Допускается применять градуировочную функцию, представляющую собой уравнение градуировочного графика.

17—24. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

25. **(Исключен, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Исключено, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.11.87 № 4241

3. ВЗАМЕН ГОСТ 25086—81

4. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4645—84

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.010—90	23	ГОСТ 19908—90	3
ГОСТ 8.315—97	19	ГОСТ 24231—80	2
ГОСТ 8.326—89	4	ГОСТ 25336—82	3
ГОСТ 1770—74	3	ГОСТ 29227—91	3
ГОСТ 6563—75	3	ГОСТ 29251—91	3
ГОСТ 6709—72	6	РД 50—674—88	4
ГОСТ 9147—80	3	МИ 1788—87	4

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 21.09.92 № 1225

7. ИЗДАНИЕ с Изменением №1, утвержденным в сентябре 1992 г. (ИУС 12—92)

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563—96.