

Изменение № 2 ГОСТ 17261—77 Цинк. Спектральный метод анализа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19.05.88 № 1385

Дата введения 01.01.89

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Вводная часть. Исключить слова: «мышьяка от 0,01 до 0,4».

По всему тексту стандарта исключить слово: «мышьяк».

Раздел 1 дополнить пунктами — 1.1а — 1.1а.2: «1.1а. Общие требования — по ГОСТ 25086—87.

1.1а.1. Числовые значения результатов параллельных определений и результатов анализа должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения соответствующих допускаемых расхождений.

1.1а.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью государственных стандартных образцов.

Результаты анализа считают правильными, если воспроизведенное содержание данного компонента в государственных стандартных образцах отличается от его аттестованной характеристики в свидетельстве на государственные стандартные образцы не более чем на половину допускаемого расхождения d_a . Если указанное выше соотношение не выполняется, то проведение анализов по данному методу прекращают до выяснения и устранения причин, вызвавших наблюдаемое отклонение».

Пункт 1.2. Заменить ссылки: ГОСТ 12.1.018—79 на ГОСТ 12.1.018—86, ГОСТ 12.1.004—76 на ГОСТ 12.1.004—85, ГОСТ 12.4.003—75 на ГОСТ 12.4.013—85.

Пункт 1.2.2. Первый абзац дополнить ссылкой: ГОСТ 12.1.038—82; второй абзац дополнить ссылкой: ГОСТ 12.1.030—81.

Пункт 1.2.3 после слов «оксидов азота» дополнить словами: «аэрозолей металлов и их оксидов»; после слов «защитным экраном» дополнить ссылкой: «по ГОСТ 12.1.010—76».

Пункт 1.2.3.2 дополнить словами: «разработанным согласно ГОСТ 12.1.016—79».

Раздел 2. Третий абзац изложить в новой редакции: «Микрофотометр, предназначенный для измерения плотности почернения спектральных линий»; заменить ссылку: ГОСТ 5.1177—71 на ГОСТ 25664—83;

последний абзац. Исключить слова: «Для определения железа и свинца в цинке марок ЦВО, ЦВ1, ЦВ и ЦОА допускается изготавливать градуировочный образец с массовой долей железа 0,002 %, свинца — 0,003 %. При проведении анализов могут быть использованы рабочие градуировочные образцы»;

(Продолжение см. с. 98)

(Продолжение изменения к ГОСТ 17261—77)

дополнить абзацами: «Для проведения анализов используют стандартные образцы производства, изготовленные следующим образом: в тигель помещают навеску металлического цинка, закрывают графитовой крышкой и нагревают до (500 ± 10) °С. Расплавленный цинк перемешивают и вводят рассчитанные навески металлических меди, железа, сурьмы, олова, кадмия, заключенные в пакет из тонко прокатанной навески свинца. Перемешивают расплав в течение 10 мин при помощи графитового электрода или фарфоровой палочки, затем выливают в изложницу. Получают лигатурный сплав, который анализируют по ГОСТ 19251.1-79 — ГОСТ 19251.6-79, ГОСТ 23957.1—80, ГОСТ 23957.2—80.

Комплект стандартных образцов производства, содержащих примеси в диапазоне, охватывающем анализируемую данным предприятием марку цинка, готовят методом разбавления. Для этого к рассчитанному количеству лигатуры или стандартного образца с более высокой массовой долей примесей добавляют рассчитанное количество цинка, помещают в предварительно разогретый до (480 ± 10) °С тигель. Тигель закрывают. После расплавления металла расплав перемешивают в течение 10 мин и отливают в изложницу.

Стандартные образцы, приготовленные и проанализированные на предприятии, должны быть аттестованы в соответствии с нормативно-технической документацией.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ 1 по ГОСТ 9849—86.

Медь марки М0 по ГОСТ 859—78.

Сурьма марки Су00 по ГОСТ 1089—82.

Олово марки 02 по ГОСТ 860—75.

Свинец марки С0 по ГОСТ 3778—77.

Кадмий марки Кd0 по ГОСТ 1467—77.

Цинк марки ЦВ по ГОСТ 3640—79».

Пункт 3.2. Таблицу 1 дополнить примечанием: «Примечание. При использовании прибора с фотоэлектрической регистрацией спектра допускается применение других аналитических линий, обеспечивающих метрологические характеристики результатов анализа, нормированные в стандарте».

Пункт 4.1. Первый абзац до слов «При помощи» изложить в новой редакции: «По два спектра стандартных образцов и по четыре спектра пробы фотографируют на одной фотопластинке»;

третий абзац изложить в новой редакции: «По вычисленным значениям

$\Delta S_{cp1} = \frac{\Delta S_1 + \Delta S_2}{2}$ и $\Delta S_{cp2} = \frac{\Delta S_3 + \Delta S_4}{2}$ по графику определяют массовую долю примесей в пробе. Получают результаты двух параллельных определений».

(Продолжение см. с. 99)

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, полученных на одной фотопластинке по двум спектрограммам каждый.

Разность между большим и меньшим из двух результатов параллельных определений с доверительной вероятностью $P=0,95$ не должна превышать допускаемое расхождение (округленное до первой значащей цифры)

$$d_n = 2,77 \cdot S_{сх} \cdot \bar{C}_n,$$

где $S_{сх}$ — относительное среднее квадратическое отклонение результатов параллельных определений (табл. 2);

\bar{C}_n — среднее арифметическое большего и меньшего результатов параллельных определений.

Разность между большим и меньшим из результатов анализа одной и той же пробы с доверительной вероятностью $P=0,95$ не должна превышать допускаемое расхождение (округленное до первой значащей цифры)

$$d_n = 2,77 \cdot S_{воспр} \cdot \bar{C}_a,$$

где $S_{воспр}$ — относительное среднее квадратическое отклонение результатов анализа (табл. 2);

(Продолжение см. с. 100)

(Продолжение изменения к ГОСТ 17261—77)

\bar{C}_a — среднее арифметическое двух сопоставляемых результатов анализа.

Т а б л и ц а 2

Определяемый элемент	Массовая доля определяемого элемента, %	Относительное среднее квадратическое отклонение сходимости результатов $S_{сх}$	Относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости результатов $S_{воспр.}$
Железо, кадмий, медь, олово, сурьма Свинец	От 0,0005 до 0,2	0,08	0,10
	От 0,002 до 0,3; от 0,3 до 3	0,05 0,04	0,07 0,05

(ИУС № 8 1988 г.)