МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕТАЛЛЫ ВЫСОКОЙ И ОСОБОЙ ЧИСТОТЫ

Общие требования к методам анализа

Metals of high and special purity.
General requirements for methods analysis

ОКСТУ 1709

ГОСТ 22306—77

Взамен
ГОСТ 21326.0—75,
ГОСТ 13911.0—68
и ГОСТ 19709.0—74

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 11 января 1977 г. № 65 дата введения установлена 01.01.78

Настоящий стандарт распространяется на металлы высокой и особой чистоты, в которых сумма нормируемых примесей составляет не более 0,001 %, и устанавливает общие требования к методам анализа.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 2002—79 в части металлов высокой чистоты.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. **(Исключен, Изм. № 1).**

3. Отбор проб для анализа производят по нормативно-технической документации на конкретную продукцию.

3а. Для анализа применяют методы, у которых предел обнаружения определяемых примесей на 0,3—1,0 порядка (в зависимости от погрешности применяемого метода) ниже значения допустимого содержания, указанного в стандартах на металлы высокой и особой чистоты конкретных марок.

Расчет предела обнаружения и чувствительности приведен в приложении.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4. Содержание определяемых примесей в пробе находят не менее чем по двум навескам. При необходимости уменьшить случайную составляющую погрешности анализа, вызванную разбросом результатов параллельных определений примеси в пробе, число навесок анализируемой пробы увеличивают до 3—4. При необходимости уменьшить случайную составляющую погрешности среднего содержания примеси, вызванную неоднородностью пробы, отбирают несколько проб и находят среднее арифметическое результатов параллельных определений для всех проб.

При необходимости контролировать разброс результатов параллельных определений примеси в пробе, в методике анализа регламентируют с оговоренной доверительной вероятностью $P = 0,95$ допускаемое расхождение установленного числа результатов параллельных определений (разность наибольшего и наименьшего из них, а при логарифмическом нормальном распределении — отношение наибольшего из них к наименьшему). При расхождении результатов параллельных определений более допускаемых определения повторяют.

За окончательный результат анализа для методов, характеризующихся логарифмическим нормальным распределением результатов параллельных измерений, принимают среднее геометрическое результатов параллельных определений. Если среднее квадратическое отклонение результатов определений менее 10 %, то принимают или среднее геометрическое, или среднее арифметическое результатов параллельных определений.

Максимальные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, установленных в конкретном стандарте на метод анализа, округленных по СТ СЭВ 543—77 до числа значащих цифр, указанных в конкретном стандарте.

Числовые значения результата анализа должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение характеристики погрешности измерений.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в сентябре 1982 г., июне 1987 г. (ИУС 1—83, 9—87).

gost.e-ecolog.ru

5. Одновременно с проведением анализа в тех же условиях проводят не менее двух контрольных опытов для определения поправки, учитывающей содержание примесей в реактивах, и внесения ее в результат определения.

Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью государственного стандартного образца (ГСО) не реже одного раза в месяц, а также каждый раз при замене реактивов и растворов, после длительных перерывов в работе и других изменений, влияющих на результаты анализа.

Содержание контролируемого компонента в СО и анализируемой пробе не должно отличаться более чем в два раза, находят его из числа параллельных определений, установленного конкретным стандартом на метод анализа.

Расхождение между наименьшим и наибольшим из результатов параллельных определений стандартного образца не должно превышать значения допускаемого расхождения, приведенного в конкретном стандарте на метод анализа.

При отсутствии стандартного образца используют метод добавок. Стандартный раствор, добавляемый к навеске анализируемого материала, берут в количестве, приблизительно соответствующем половине содержания определяемого компонента.

Найденную величину добавки рассчитывают как разность между найденными содержанием компонента в пробе с добавкой и результатом анализа пробы без добавки.

4, 5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

6. Для приготовления растворов и проведения анализов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709—72, дополнительно очищенную перегонкой в кварцевом аппарате или ионизационной колонке, если не установлены другие требования в стандартах на методы анализа.

Применяемые реактивы должны быть химически чистыми (х. ч.). Если необходимы реактивы особо чистые (ос. ч.), то это должно указываться в стандартах на методы анализа.

Кислоты перед применением должны быть дистиллированы в аппарате из кварца. Если для очистки кислот и реактивов необходимы специальные методы, то это указывается в стандартах на методы анализа.

Содержание примесей в металлах, применяемых для приготовления стандартных растворов и образцов сравнения, должно быть в 5—10 раз менее допустимого содержания каждой определяемой примеси в анализируемом металле.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6а. Для построения градуировочного графика требуется не менее пяти градуировочных точек. Каждая точка строится по среднеарифметическим результатам трех параллельных определений. При построении градуировочного графика по оси абсцисс откладывают концентрацию, либо функцию от концентрации, либо массу элемента в определенном объеме, а по оси ординат — измеренную величину или функцию от нее.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

7. В выражении «разбавленная 1:1, 1:2» и т. д. первые цифры означают объемные части кислоты или какого-либо раствора, вторые — объемные части воды.

8. Взвешивание навесок производят с погрешностью не более 0,0002 г.

9. Лабораторная мерная посуда: пипетки, бюретки, колбы — должна соответствовать первому или второму классу точности по ГОСТ 1770—74 и НТД.

10. При проведении анализов должно быть исключено влияние пыли, газообразных примесей или частиц других проб, анализируемых в том же помещении. При применении методов анализа с особо низкими пределами обнаружения все работы проводят в боксах или на рабочих местах, проветриваемых фильтрованным воздухом или очищенным газом. Приточные и вытяжные воздуховоды должны быть изготовлены из винипласта и изолированы от общей системы. В блоке чистых помещений необходимо создавать избыточное давление 19,6—29,4 Па (2—3 мм вод. ст.). Блок чистых помещений отделяют от остальной части герметизированным шлюзом с подачей фильтрованного воздуха.

В качестве нагревательного прибора для разложения проб и выпаривания растворов следует использовать инфракрасные лампы.

Рабочие приборы и оборудование лабораторий не должны иметь незащищенной металлической поверхности. В мелком лабораторном оборудовании (штативы, держатели, шпатели) конструкционные металлы и нестойкие к коррозии материалы должны быть заменены на пластмассы, кварц, графит. Металлические детали, которые нельзя удалить или заменить, следует изолировать окраской, покрытием эпоксидными смолами, кремнийорганическими лаками или пластмассовым напылением

с периодическим возобновлением покрытия. Если необходимы особые условия работы, то это указывают в стандартах на методы анализа.

Обязательно ношение спецодежды: халат и шапочка или косынка (нейлон, лавсан, вискоза), тапочки (кожа, кожзаменитель). На каждого работающего следует иметь два-три комплекта спецодежды и менять ее не реже двух раз в неделю.

Необходимо ежедневно проводить влажную уборку рабочих мест, а раз в две недели — всего помещения.

На рабочих местах должен быть обеспечен класс чистоты воздуха (газа) 1000 (не более 35 частиц пыли размером 0,5 мкм на 1 $дм^3$).

9, 10. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

11. Лабораторная посуда для подготовки проб и хранения растворов должна быть изготовлена из кварца, платины, графита, фторопласта, тефлона или полиэтилена.

Посуду следует кипятить в растворе соляной кислоты 6 моль/$дм^3$. При наличии органических примесей необходимо добавлять 0,15 % пергидроля. Для обезжиривания кварцевых, стеклянных и для предварительной очистки стойких к окислению полимерных органических поверхностей применяют щелочной раствор пергидроля, вводя аммиак до pH 11. Для протирания весов, скальпелей, пинцетов, ножей, часовых стекол и рабочего места используют спирт этиловый технический ректификованный по ГОСТ 18300—87.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

РАСЧЕТ ПРЕДЕЛОВ ОБНАРУЖЕНИЯ И ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ

Предел обнаружения определяемых примесей вычисляют из среднего значения 20 измерений, которые получают при проведении контрольных опытов в одной лаборатории одним сотрудником при одинаковых условиях (приборы, реактивы), и трехкратной оценки среднего квадратического отклонения значений этих измерений по формуле

$$\underline{X} = \overline{X}_{\text{контр.}} + 3S_{\text{контр.}},$$

где $\underline{X}$ — значение измерения на границе обнаружения;

$\overline{X}_{\text{контр.}}$ — среднее значение измерений при контрольных опытах;

$S_{\text{контр.}}$ — оценка среднего квадратического отклонения измерений при контрольных опытах.

Предел чувствительности вычисляют по формуле

$$C_{\text{пч}} = K \cdot (X_{\text{контр.}} + 6S_{\text{контр.}}),$$

где $C_{\text{пч}}$ — предел чувствительности;

K — коэффициент пересчета измеряемых величин на значение концентрации.

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Введено дополнительно, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru