МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
1293.0—
2006**

СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

Общие требования к методам химического анализа

Издание официальное

БЗ 1—2007/376

Москва
Стандартинформ
2008

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—97 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 504 «Цинк, свинец», Дочерним государственным предприятием «Восточный научно-исследовательский горно-металлургический институт цветных металлов» (ДГП «ВНИИцветмет») Республики Казахстан и Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации»

2 ВНЕСЕН Комитетом по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 30 от 7 декабря 2006 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минторгэкономразвития
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 января 2008 г. № 12-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 1293.0—2006 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2009 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 1293.0—83

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в указателе «Национальные стандарты».

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Национальные стандарты», а текст изменений — в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»

© Стандартинформ, 2008

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

Общие требования к методам химического анализа

Lead-antimony alloys. General requirements for methods of chemical analysis

Дата введения — 2009—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на свинцово-сурьмянистые сплавы по ГОСТ 1292 и устанавливает общие требования к методам химического анализа и требования безопасности при проведении анализа свинцово-сурьмянистых сплавов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.0.004—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010—76 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.016—79 Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.1.030—81 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1292—2005* Сплавы свинцово-сурьмянистые. Технические условия

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ 1292—81.

Издание официальное

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

ГОСТ ИСО 5725-3—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории государства по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 (1—14; 24) с дополнениями.

3.2 Отбор и подготовку проб свинцово-сурьмянистых сплавов проводят по ГОСТ 1292.

3.3 Для взвешивания применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104.

Навески свинцово-сурьмянистых сплавов, металлов и реагентов для приготовления растворов с известной концентрацией определяемых компонентов, индикаторов массой до 5,0 г взвешивают на весах с погрешностью не более 0,0002 г.

Навески свинцово-сурьмянистых сплавов свыше 5,0 г, а также реактивов для приготовления вспомогательных растворов допускается взвешивать на весах с погрешностью не более 0,02 г.

Необходимая точность взвешивания приводится в стандартах на методы анализа путем указания разряда в числовом значении массы навески.

3.4 Для прокаливания применяют муфельные лабораторные печи, обеспечивающие нагревание до температуры 1000 °С. Для высушивания применяют сушильные лабораторные печи, обеспечивающие нагревание до температуры 250 °С. Для растворения и выпаривания растворов применяют электрические плиты с закрытой спиралью, обеспечивающие нагревание до температуры 350 °С.

3.5 Термин «теплый» означает, что раствор должен иметь температуру от 40 °С до 70 °С. Термин «охлаждают» означает, что раствор должен иметь температуру от 15 °С до 25 °С.

3.6 Для измерения промежутков времени менее 5 мин применяют песочные часы и секундомеры, более 5 мин — таймеры и часы любого типа.

3.7 Массовую долю компонентов и примесей определяют параллельно на двух или трех навесках (число параллельных определений указывают в стандартах на методы анализа). Одновременно с проведением анализа в тех же условиях проводят холостой опыт на загрязнение реактивов для внесения поправки в результат анализа. Число холостых опытов должно соответствовать числу параллельных навесок, взятых для анализа.

3.8 За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух или трех параллельных определений, полученных в условиях повторяемости (результаты получают одним и тем же методом на идентичных пробах в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования в пределах короткого промежутка времени), если выполняется условие приемлемости по формуле

$$(X_{max} - X_{min}) \le r, \qquad (1)$$

где X_{max} и X_{min} — значения результатов двух параллельных определений;

r — значение предела повторяемости, нормированное в методике анализа.

Если расхождение результатов параллельных определений превышает значение r, нормированное в методике анализа, изучают причины возникновения отклонений с технической точки зрения. Если необходимо получение некоторого приемлемого значения и в случае превышения предела повторяемости, поступают в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (5.2)*.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

3.9 Результаты анализа, полученные в условиях воспроизводимости (результаты получают одним и тем же методом на идентичных пробах (объектах испытаний) в разных лабораториях разными операторами с использованием различного оборудования), считаются совместимыми, если выполняется условие

$$|X_1 - X_2| \le R, \qquad (2)$$

где X_1 и X_2 — результаты анализа;

R — значение предела воспроизводимости, нормированное в методике анализа.

Если расхождение результатов анализа превышает значение предела воспроизводимости, изучают причины возникновения отклонений и поступают в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (5.3.2, 5.3.4)*.

3.10 Результаты анализа представляют числовым значением, которое должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и числовое значение нормативов воспроизводимости R, установленных в стандартах на методы анализа.

3.11 Рекомендуемый порядок контроля точности и стабильности результатов при реализации методик анализа в лаборатории приведен в приложении А.

3.12 Условия хранения и использования растворов определяемых компонентов с известной концентрацией — по ГОСТ 4212, если в стандартах на методы анализа не предусмотрены другие условия.

3.13 При использовании фотометрических методов анализа толщину поглощающего свет слоя кюветы подбирают таким образом, чтобы обеспечить проведение измерений в оптимальном диапазоне значений оптической плотности для применяемого средства измерений.

3.14 При использовании атомно-абсорбционных методов анализа устанавливают такие условия измерений (например высоту пламени горелки, газовый состав пламени, ширину щели), при которых достигаются оптимальные параметры чувствительности точности для соответствующего компонента и данного прибора.

При условии достижения метрологических характеристик, указанных в стандартах на методы анализа, допускается:

- использовать для градуировки растворы с введением нескольких определяемых компонентов;
- изменять диапазон содержания определяемых компонентов в растворах для градуировки при условии соблюдения его линейности;
- использовать при проведении измерений другие резонансные спектральные линии;
- последовательно определять несколько компонентов из одной навески пробы после ее разложения и соответствующего разбавления раствора пробы таким образом, чтобы масса определяемого компонента в нем находилась в пределах его массы в растворах для градуировки.

3.15 При использовании фотометрических и атомно-абсорбционных методов допускается применять автоматизированные системы построения градуировочных графиков, проводить измерения в автоматизированном режиме с выдачей результата анализа на печатающем устройстве автоматизированного спектрофотометра при условии обеспечения метрологических характеристик, регламентированных стандартами на методы анализа.

4 Требования безопасности и охраны окружающей среды

4.1 Химический анализ свинцово-сурьмянистых сплавов проводят в соответствии с нормативными документами по безопасному ведению работ в лабораториях аналитического контроля, утвержденными в установленном порядке на предприятии.

4.2 При проведении химического анализа свинцово-сурьмянистых сплавов используют реактивы и материалы, оказывающие вредное действие на организм человека: аммиак, кислоты, щелочи, металлическую ртуть, неорганические и органические реагенты (в том числе органические растворители). При работе с реактивами и материалами необходимо выполнять требования безопасности, изложенные в нормативных документах на их изготовление и применение.

4.3 Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны должны соответствовать ГОСТ 12.1.005.

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

Допускается устанавливать предельно допустимые значения содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны в соответствии с санитарно-гигиеническими нормами, действующими на территории государств стран—членов СНГ.

4.4 Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны должен осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007 и по методикам, разработанным в соответствии с ГОСТ 12.1.016.

4.5 Помещения лаборатории должны иметь общеобменную приточно-вытяжную вентиляцию по ГОСТ 12.4.021.

4.6 Все электроустановки и электроаппаратура, применяемые при анализе свинцово-сурьмянистых сплавов, должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.007.0 и правилам устройства электроустановок.

4.7 Условия электробезопасности на рабочих местах должны соответствовать ГОСТ 12.1.019, правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей и правилам техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей.

4.8 Все приборы и электроустановки должны быть снабжены устройствами для заземления в соответствии с требованиями ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 12.1.030.

4.9 Помещения лаборатории должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства огнетушения согласно ГОСТ 12.4.009.

4.10 При работе с горючими и взрывоопасными газами следует соблюдать требования ГОСТ 12.1.010, ГОСТ 12.1.004 и правила безопасности в газовом хозяйстве. При использовании газов в баллонах следует соблюдать правила безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением.

4.11 Для предотвращения загрязнения сточных вод и воздушного бассейна токсичными веществами утилизация или обезвреживание отходов от производства анализов должны проводиться в соответствии с нормативными документами, согласованными с органами санитарно-эпидемиологической службы.

4.12 К работе в химических лабораториях допускаются лица не моложе 18 лет.

Поступающие на работу, а также работающие должны проходить:

- предварительный и периодические медицинские осмотры;
- предварительное обучение методам работы с вредными веществами и правилам обращения с защитными средствами;
- инструктаж по технике безопасности с соответствующим оформлением по ГОСТ 12.0.004.

4.13 Работающие в лаборатории должны быть обеспечены бытовыми помещениями согласно [1] по группе IIIа производственных процессов.

4.14 Работающие в лаборатории должны быть обеспечены средствами индивидуальной защиты по нормам выдачи специальной одежды, специальной обуви и других средств защиты, утвержденным в установленном порядке.

Приложение А
(рекомендуемое)

Контроль точности и стабильности результатов анализа

А.1 Оперативный контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа свинцово-сурьмянистых сплавов включает в себя контроль правильности, воспроизводимости, промежуточной прецизионности и повторяемости.

Периодичность проведения контроля устанавливают в каждой лаборатории в зависимости от количества выполняемых определений каждого компонента и состояния аналитических работ (смена реактивов, растворов, аппаратуры, длительный перерыв в работе и т. д.).

При неудовлетворительных результатах контроля процедуру контроля точности анализа повторяют. При повторном получении отрицательных результатов выясняют причины неудовлетворительных результатов контроля и устраняют их.

А.1.1 Оперативный контроль повторяемости

Образцами для контроля являются анализируемые пробы.

Норматив контроля — предел повторяемости r.

Для контроля повторяемости сравнивают расхождения результатов параллельных определений, полученных при анализе пробы.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия

$$(X_{max} - X_{min}) \le r, \qquad (А.1)$$

где X_{max} и X_{min} — значения максимального и минимального результатов параллельных определений соответственно;

r — значение предела повторяемости, нормируемое в методике анализа.

А.1.2 Оперативный контроль промежуточных показателей прецизионности

Образцами для контроля являются анализируемые пробы.

Норматив контроля — значение R_w, вычисляемое по формуле

$$R_w = 2{,}8\ \sigma_w, \qquad (А.2)$$

где σ_w — показатель прецизионности (среднеквадратичное отклонение результатов измерений), установленный лабораторией для конкретных регламентированных условий (в условиях изменчивости одного или нескольких факторов: время, калибровка, оператор, оборудование) по ГОСТ ИСО 5725.3*.

Для контроля промежуточных показателей прецизионности сравнивают два результата анализа одной и той же пробы, полученные в одной и той же лаборатории одним и тем же методом в разных условиях.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le R_w, \qquad (А.3)$$

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ — результаты анализа пробы;

R_w — норматив контроля, вычисленный по формуле (А.2).

А.1.3 Оперативный контроль воспроизводимости

Образцами для контроля являются анализируемые пробы.

Норматив контроля — предел воспроизводимости R, нормированный в методике анализа.

Для контроля воспроизводимости сравнивают два результата анализа одной и той же пробы, полученные одним и тем же методом в разных лабораториях разными операторами с использованием различного оборудования.

Контроль воспроизводимости проводят при возникновении спорных ситуаций:

- между двумя лабораториями;
- при проверке совместимости результатов определений, полученных при сравнительных испытаниях (при проведении аккредитации лабораторий и инспекционного контроля).

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия

$$|X_1 - X_2| \le R, \qquad (А.4)$$

где X_1 и X_2 — результаты анализов, полученные в условиях воспроизводимости;

R — значение предела воспроизводимости, нормированное в методике анализа.

Если предел воспроизводимости превышен, необходимо выяснить причину расхождений с технической точки зрения (разница в испытуемых образцах, систематическая погрешность и др.).

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002.

А.1.4 Оперативный контроль правильности

Контроль правильности проводят с помощью стандартных образцов состава свинцово-сурьмянистых сплавов или по альтернативному (независимому) методу.

Норматив контроля — критическое значение K (K_{CO} или K_K).

А.1.4.1 Оперативный контроль правильности по стандартным образцам

Образцами для контроля являются стандартные образцы, разработанные согласно ГОСТ 8.315.

Одновременно с анализом проб в соответствии со стандартами на методы анализа проводят анализ стандартного образца состава свинцово-сурьмянистых сплавов. Содержание определяемого компонента в стандартном образце и анализируемой пробе не должно отличаться более чем в два раза.

Результат анализа стандартного образца сравнивают со значением аттестованной характеристики стандартного образца.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия

$$|\overline{X} - X_{ат}| \le K_{CO}, \tag{А.5}$$

где $\overline{X}$ — результат анализа определяемого компонента в стандартном образце, полученный из результатов n единичных определений;

$X_{ат}$ — значение аттестованной характеристики стандартного образца;

K_{CO} — критическое значение, вычисляемое по формуле

$$K_{CO} = 2\sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2\left(1 - \frac{1}{n}\right) + S_{(A)}^2}, \tag{А.6}$$

где σ_R — среднеквадратичное отклонение воспроизводимости;

σ_r — среднеквадратичное отклонение повторяемости;

n — число результатов единичных определений аттестованной характеристики стандартного образца;

$S_{(A)}$ — оценка среднеквадратичного отклонения значения аттестованной характеристики стандартного образца.

А.1.4.2 Оперативный контроль правильности по альтернативному (независимому) методу

Образцами для контроля являются анализируемые пробы.

Сравнивают результаты анализа одних и тех же проб, полученные по двум принципиально различающимся методам, установленным в стандартах на методы анализа, или по стандартизованному и какому-либо другому аттестованному методу, имеющему погрешность, не превышающую погрешность стандартизованного метода.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le K_K, \tag{А.7}$$

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ — результаты анализа, полученные по контролируемому и контрольному методам соответственно;

K_K — критическое значение, вычисляемое по формуле

$$K_K = 2S, \tag{А.8}$$

где S — оценка общего среднеквадратичного отклонения для контролируемого и контрольного методов

$$S = \sqrt{S_1^2 + S_2^2}, \tag{А.9}$$

где S_1 и S_2 — оценки среднеквадратичных отклонений контролируемого и контрольного методов соответственно.

$$S_1 = \sqrt{\sigma_{R_1}^2 - \sigma_{r_1}^2\left(1 - \frac{1}{n_1}\right)}; \tag{А.10}$$

$$S_2 = \sqrt{\sigma_{R_2}^2 - \sigma_{r_2}^2\left(1 - \frac{1}{n_2}\right)}. \tag{А.11}$$

где σ_{R_1} и σ_{R_2} — среднеквадратичные отклонения воспроизводимости контролируемого и контрольного методов соответственно;

σ_{r_1} и σ_{r_2} — среднеквадратичные отклонения повторяемости контролируемого и контрольного методов соответственно;

n_1 и n_2 — число результатов единичных определений по контролируемому и контрольному методам соответственно.

А.2 Контроль стабильности результатов анализа в пределах лаборатории

Контроль стабильности показателей прецизионности и правильности результатов анализа в лаборатории осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6 (раздел 6)*.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Приложение Б
(справочное)

Библиография

[1] Строительные нормы и правила СНиП 2.09.04—87 Административные и бытовые здания

УДК 669.45/75:543.06:006.354 МКС 77.120.60 В59

Ключевые слова: свинцово-сурьмянистые сплавы, методы химического анализа, общие требования, повторяемость, воспроизводимость, приемлемость, контроль точности и стабильности, требования безопасности и охраны окружающей среды

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 03.06.2008. Подписано в печать 07.07.2008. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 231 экз. Зак. 872.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru