ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52371— 2005

БАББИТЫ ОЛОВЯННЫЕ И СВИНЦОВЫЕ

Метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Издание официальное

БЗ 10—2003/182

Москва
Стандартинформ
2005

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а привила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 369 «Олово» (Открытое акционерное общество «Центральный научно-исследовательский институт олова «ЦНИИОлово», Открытое акционерное общество «Новосибирский оловянный комбинат «НОК»)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 8 сентября 2005 г. № 224-ст

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет

© Стандартинформ, 2005

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 3
4 Общие требования 3
5 Требования безопасности 4
6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы 4
7 Подготовка к анализу 5
8 Проведение анализа 6
9 Обработка результатов 7
10 Характеристики погрешности и контроль точности получаемых результатов анализа 7
Приложение А (рекомендуемое) Оперативный контроль правильности (погрешности) методом добавок 9
Библиография 10

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БАББИТЫ ОЛОВЯННЫЕ И СВИНЦОВЫЕ

Метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Tin and lead babbits.
Method of inductively coupled plasma atomic-emission spectrometry

Дата введения — 2006—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод атомно-эмиссионного спектрального анализа с возбуждением спектра индуктивно связанной плазмой для определения содержания основных компонентов и примесей в оловянных и свинцовых баббитах.

Метод основан на возбуждении спектра индуктивно связанной плазмой и измерении интенсивности излучений аналитических спектральных линий определяемых элементов фотоэлектрическим способом. Пробу предварительно растворяют в смеси соляной и азотной кислот. Связь интенсивностей спектральных линий с концентрацией определяемых элементов в растворе устанавливают с помощью градуировочного графика.

Метод обеспечивает определение массовых долей элементов в оловянных и свинцовых баббитах в диапазоне, %:

олово —	от	0,1	до	90,0;
свинец	»	0,1	»	90,0;
сурьма	»	5,0	»	20,0;
медь	»	0,1	»	10,0;
кадмий	»	0,05	»	2,00;
мышьяк	»	0,03	»	0,90;
никель	»	0,05	»	0,70;
цинк	»	0,001	»	0,500;
железо	»	0,01	»	0,20;
висмут	»	0,03	»	0,20;
алюминий	»	0,003	»	0,020.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные 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. Классификации и общие требования безопасности

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

Издание официальное

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 12.3.019—80 Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. 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 849—97 Никель первичный. Технические условия

ГОСТ 859—2001 Медь. Марки

ГОСТ 860—75 Олово. Технические условия

ГОСТ 1089—82 Сурьма. Технические условия

ГОСТ 1320—74 (ИСО 4383—91) Баббиты оловянные и свинцовые. Технические условия

ГОСТ 1467—93 Кадмий. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3778—98 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

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

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9849—86 Порошок железный. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористо-водородная. Технические условия

ГОСТ 10928—90 Висмут. Технические условия

ГОСТ 11069—2001 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 19807—91 Титан и сплавы титановые деформируемые. Марки

ГОСТ 19908—90 Тигли, чашки, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 21877.0—76 Баббиты оловянные и свинцовые. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30331.3—95 (МЭК 364-4-41—92)/ГОСТ Р 50571.3—94 (МЭК 364-4-41—92) Электроустановки зданий. Часть 4. Требования по обеспечению безопасности. Защита от поражения электрическим током

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 50779.10—2000 (ИСО 3534.1—93) Статистические методы. Вероятность и основы статистики. Термины и определения

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями по ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р 50779.10, а также по [1]:

3.1 **точность:** Степень близости результата измерений к принятому опорному значению. Настоящий термин включает сочетание случайных составляющих погрешности (прецизионности) и общей систематической погрешности (правильности).

3.2 **принятое опорное значение:** Значение, которое служит в качестве согласованного для сравнения с результатом испытаний. Для целей настоящего стандарта аттестованные значения стандартных образцов (СО) и стандартных растворов совпадают с понятием «принятое опорное значение».

3.3 **систематическая погрешность:** Разность между математическим ожиданием результатов анализов и истинным (в настоящем стандарте — принятым опорным, аттестованным) значением.

3.4 **правильность:** Степень близости среднего значения, полученного на основании большой серии результатов анализов, к принятому опорному значению (в настоящем стандарте — аттестованному значению стандартных образцов или аттестованных смесей).

3.5 **критическая разность *CD*:** Норматив контроля погрешности.

3.6 **прецизионность:** Степень близости друг к другу независимых результатов испытаний, полученных в конкретных регламентированных условиях. Крайними случаями таких условий являются условия повторяемости (сходимости) и условия воспроизводимости.

3.7 **повторяемость (сходимость) результатов анализа:** Степень близости друг к другу независимых результатов анализов, полученных в условиях повторяемости одним и тем же методом на идентичных объектах, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования, в пределах короткого промежутка времени.

3.8 **предел повторяемости (сходимости) *r* (*d*):** Значение, которое с достоверной вероятностью 95 % не превышает абсолютного значения разности между результатами двух измерений, полученными в условиях повторяемости.

3.9 **воспроизводимость результатов анализа:** Степень близости друг к другу независимых результатов анализов, полученных в условиях воспроизводимости одним и тем же методом, на идентичных объектах, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования.

3.10 **предел воспроизводимости *R (D)*:** Значение, которое с достоверной вероятностью 95 % не превышает абсолютного значения разности между результатами двух измерений, полученными в условиях воспроизводимости.

3.11 **исходные эталоны:** Стандартные растворы, аттестованные по [2], многоэлементные стандартные растворы (МЭС) и растворы сравнения (РС).

4 Общие требования

4.1 Общие требования к методам анализа должны соответствовать ГОСТ 25086 и ГОСТ 21877.0.

4.2 Отбор и подготовку проб баббитов проводят по ГОСТ 1320.

4.3 Для установления градуировочной зависимости используют не менее трех стандартных образцов или стандартных растворов с известной концентрацией элементов.

5 Требования безопасности

5.1 При анализе баббитов все работы в лаборатории спектрального анализа следует проводить на приборах и электроустановках, соответствующих [3] и требованиям ГОСТ 12.2.007.0.

5.2 При использовании электроприборов и электроустановок в процессе проведения анализа баббитов следует соблюдать требования ГОСТ 12.3.019, ГОСТ 30331, [4] и [5].

5.3 Все приборы и электроустановки должны быть снабжены устройствами для заземления, соответствующими ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 12.1.030.

5.4 Анализ баббитов проводят в помещениях, оборудованных общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

5.5 Для предотвращения попадания в воздух рабочей зоны вредных веществ, выделяющихся в источниках возбуждения спектров, в количествах, превышающих предельно допустимые концентрации по ГОСТ 12.1.005, для защиты от электромагнитных излучений и предотвращения ожога ультрафиолетовыми лучами каждый источник возбуждения спектра необходимо помещать в приспособление, оборудованное местной вытяжной вентиляцией и защитным экраном по ГОСТ 12.1.019.

5.6 Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны — по ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.016.

5.7 Стандартные растворы хранят в мерных колбах с притертыми пробками. Растворы соляной, азотной и серной кислот и их смеси хранят в склянках с притертыми или завинчивающимися пробками в вытяжном шкафу при комнатной температуре. На колбах и склянках со стандартными растворами и градуировочными растворами (растворами сравнения) должны быть указаны: концентрации элементов, дата приготовления, срок годности, номера растворов.

5.8 Утилизацию, обезвреживание и уничтожение вредных отходов от анализов необходимо проводить в соответствии с [6].

5.9 Для обеспечения пожарной безопасности следует соблюдать требования ГОСТ 12.1.004. Помещения лаборатории должны иметь средства огнетушения согласно ГОСТ 12.4.009.

5.10 Персонал лаборатории должен быть обеспечен бытовыми помещениями и устройствами согласно [7] по группе производственных процессов IIIа.

5.11 Персонал лаборатории должен быть обеспечен спецодеждой и другими средствами индивидуальной защиты согласно типовым отраслевым нормам бесплатной выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений рабочим и служащим предприятий цветной металлургии [8].

6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ИСП) в качестве источника возбуждения любого типа.

Аргон газообразный высшего сорта по ГОСТ 10157 или [9].

Весы аналитические лабораторные высокого класса точности по ГОСТ 24104 или любого другого типа.

Колбы мерные вместимостью 100, 200,1000 и 2000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$ по ГОСТ 29227.

Конические колбы вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Стаканы вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Мензурки вместимостью 25 и 50 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Тигли из кварцевого стекла по ГОСТ 19908.

Кислота фтористо-водородная по ГОСТ 10484.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч. и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч. и разбавленная 1:3.

Смесь кислот (соляной и азотной) в соотношении 5:1 и 3:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч. и разбавленная 1:4.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Алюминий не ниже марки А95 по ГОСТ 11069.

Висмут по ГОСТ 10928 марки Ви00.

Железо восстановленное или порошок железный по ГОСТ 9849.

Кадмий по ГОСТ 1467 марки не ниже Кд0.

Медь по ГОСТ 859 марки М0.
Мышьяк металлический [10].
Никель по ГОСТ 849 не ниже марки Н1.
Олово по ГОСТ 860 не ниже марки О1.
Свинец по ГОСТ 3778 марки С1.
Сурьма по ГОСТ 1089 не ниже марки Су000.
Титан по ГОСТ 19807 марки ВТ1-00.
Цинк по ГОСТ 3640 не ниже марки Ц0.

Стандартные образцы предприятий (СОП) состава оловянных и свинцовых баббитов, разработанные по ГОСТ 8.315 и прошедшие метрологическую экспертизу.

Исходные эталоны — аттестованные смеси (стандартные растворы), приготовленные по [2]:

- стандартный раствор меди массовой концентрации 1000 мкг/см^3: навеску меди массой 0,1000 г растворяют в 10 см^3 азотной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки водой;

- стандартный раствор свинца массовой концентрации 1000 мкг/см^3: навеску свинца массой 0,1000 г растворяют в 5 см^3 азотной кислоты (1:5). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки водой;

- стандартный раствор мышьяка массовой концентрации 1000 мкг/см^3: навеску мышьяка массой 0,1000 г растворяют при нагревании в 10 см^3 смеси кислот (5:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки водой;

- рабочий стандартный раствор мышьяка массовой концентрации 50,0 мкг/см^3: в мерную колбу вместимостью 200 см^3 вводят 10 см^3 стандартного раствора мышьяка, добавляют 40 см^3 соляной кислоты и доводят до метки водой;

- стандартный раствор титана массовой концентрации 500 мкг/см^3: навеску титана массой 0,5000 г растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты и 5 см^3 плавиковой кислоты в кварцевом или стеклоуглеродном тигле. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и переносят для хранения в полиэтиленовую посуду.

Многоэлементный стандартный раствор алюминия, висмута, кадмия, железа, меди, никеля и цинка массовых концентраций 50 мкг/см^3 (МЭС-1): в стакан вместимостью 100 см^3 помещают по 0,1000 г перечисленных металлов, растворяют в 25 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1) при нагревании. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 2000 см^3, добавляют 475 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1) и доводят до метки водой.

Срок годности стандартных растворов — согласно ГОСТ 4212.

Допускается применять другие оборудование и реактивы с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

7 Подготовка к анализу

7.1 Приготовление растворов проб

Для проведения анализа отбирают навеску пробы баббита в виде мелкой стружки или порошка массой 0,15—0,25 г при массовой доле свинца в баббите менее 50 % (0,10—0,16 г при массовой доле свинца в баббите более 50 %), помещают в стакан вместимостью 50—100 см^3 и растворяют при нагревании в 25 см^3 смеси кислот (5:1). Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 2 см^3 стандартного раствора титана и доводят до метки водой.

7.2 Приготовление растворов сравнения (градуировочных растворов)

Раствор сравнения с массовой концентрацией титана 10 мкг/см^3 (РС-0): в мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают 2 см^3 стандартного раствора титана, добавляют 25 см^3 смеси кислот (5:1), доводят до метки водой и перемешивают. Раствор РС-0 используют как фоновый раствор.

Раствор сравнения с массовой концентрацией свинца 1250 мкг/см^3, сурьмы 500 мкг/см^3, титана 10 мкг/см^3, меди 20 мкг/см^3 (РС-1): навеску свинца массой 0,1250 г растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты (1:5), навеску сурьмы массой 0,0500 г растворяют при нагревании в 10 см^3 смеси кислот (5:1). Полученные растворы переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 15 см^3 соляной кислоты, по 2 см^3 стандартного раствора титана и меди и доводят до метки водой.

Раствор сравнения с массовой концентрацией свинца 400 мкг/см^3, олова 2000 мкг/см^3, алюминия, висмута, кадмия, железа, меди, мышьяка, никеля, титана и цинка по 10 мкг/см^3 (РС-2): навеску свинца массой 0,0400 г растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты (1:5), навеску олова массой 0,2000 г растворяют при нагревании в 20 см^3 смеси кислот (5:1). Полученные растворы переносят в мерную колбу

вместимостью 100 см^3, добавляют 2 см^3 стандартного раствора титана, по 20 см^3 стандартных растворов МЭС-1 и рабочего стандартного раствора мышьяка и доводят до метки водой.

Раствор сравнения с массовой концентрацией свинца 1000 мкг/см^3, олова 1500 мкг/см^3, алюминия, висмута, кадмия, железа, меди, мышьяка, никеля и цинка по 2 мкг/см^3, титана 10 мкг/см^3 (РС-3): навеску свинца массой 0,1000 г растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты (1:5), навеску олова массой 0,1500 г растворяют при нагревании в 15 см^3 смеси кислот (5:1). Полученные растворы переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 соляной кислоты (1:1), 2 см^3 стандартного раствора титана, по 4 см^3 МЭС-1 и рабочего стандартного раствора мышьяка и доводят до метки водой.

Раствор сравнения с массовой концентрацией свинца 1000 мкг/см^3, алюминия, висмута, кадмия, железа, меди, мышьяка, никеля и цинка по 5 мкг/см^3, титана 10 мкг/см^3 (РС-4): навеску свинца массой 0,1500 г растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты (1:5). Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 44 см^3 соляной кислоты (1:1), 2 см^3 стандартного раствора титана, по 10 см^3 растворов МЭС-1 и рабочего стандартного раствора мышьяка и доводят до метки водой.

Раствор сравнения с массовой концентрацией олова 1000 мкг/см^3, сурьмы 250 мкг/см^3, титана 10 мкг/см^3, меди 100 мкг/см^3 (РС-5): навеску олова массой 0,1000 г и сурьмы массой 0,0250 г растворяют при нагревании в 20 см^3 смеси кислот (5:1). Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 соляной кислоты (1:1), 2 см^3 стандартного раствора титана, 10 см^3 стандартного раствора меди и доводят до метки водой.

Раствор сравнения с массовой концентрацией меди 500 мкг/см^3, титана 10 мкг/см^3 (РС-6): в стакане растворяют 0,0500 г меди в 25 см^3 азотной кислоты. Полученный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 2 см^3 стандартного раствора титана, доводят до метки водой и перемешивают.

Срок годности градуировочных растворов — согласно ГОСТ 4212.

8 Проведение анализа

Подготовку спектрометра к проведению анализов проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации и обслуживанию спектрометра. Режимы работы прибора устанавливают в соответствии с рекомендациями фирмы — изготовителя прибора. Для конкретного типа прибора оптимальные параметры спектрометра и расход аргона устанавливают экспериментально в пределах, обеспечивающих максимальную чувствительность определения массовых долей элементов.

Рекомендуемые аналитические линии приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Рекомендуемые аналитические линии

Наименование элемента	Длина волны аналитической линии, нм
Олово	317,505
Свинец	405,782
Сурьма	231,147
Медь	324,754; 510,554
Кадмий	226,502
Мышьяк	234,984
Никель	341,470
Цинк	213,856
Железо	259,940
Висмут	306,772
Алюминий	396,152
Титан — линия сравнения	337,280

Допускается использование других аналитических линий при условии получения метрологических характеристик, отвечающих требованиям настоящего стандарта.

Калибровку спектрометра проводят при установке прибора, при замене реактивов, после ремонта аппаратуры, после длительных перерывов в работе и других изменений, влияющих на результаты анализа. Рекалибровку (корректировку градуировочного графика) спектрометра проводят перед началом каждого измерения подготовленных проб.

Последовательно вводят в плазму растворы сравнения (градуировочные растворы) и с помощью программного обеспечения спектрометра методом наименьших квадратов получают градуировочные характеристики, которые вводят в долговременную память ЭВМ в виде зависимости. Массовую концентрацию i -го элемента C_i определяют по формуле

$$C_i = A + B\, I_i / I_{Ti}, \qquad (1)$$

где A, B — коэффициенты регрессии для i-го элемента, определяемые методом наименьших квадратов;

I_i — интенсивность спектральной линии i-го элемента;

I_{Ti} — интенсивность линии сравнения.

Растворы анализируемых проб последовательно вводят в плазму и измеряют интенсивность аналитических линий определяемых элементов. В соответствии с программой для каждого раствора выполняют не менее двух измерений интенсивности и вычисляют среднее значение, по которому с помощью градуировочной характеристики находят массовую концентрацию элемента (мкг/см^3) в растворе пробы.

9 Обработка результатов

Массовую долю определяемого элемента X в пробе, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C\,V}{m\,1000 \cdot 1000}\,100, \qquad (2)$$

где C — массовая концентрация элемента в растворе пробы, мкг/см^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы, г.

Массовые доли определяемых элементов в пробе и их среднеарифметические значения считывают с экрана монитора или ленты печатающего устройства.

Учет массы навески, разбавления проб и других переменных параметров проводят автоматически на стадии введения аналитической программы в компьютер.

За результат анализа X принимают среднеарифметическое двух результатов параллельных определений X_1 и X_2, если расхождение между ними не превышает норматива предела повторяемости (сходимости) r (d), приведенного в таблице 2.

При получении результатов параллельных определений с расхождением более допускаемого r (d) анализ пробы повторяют. Проверку приемлемости повторных результатов измерений проводят по ГОСТ Р ИСО 5725-6, пункт 5.2.

Точность результата измерений (анализа) и абсолютного предела повторяемости (сходимости) результатов параллельных измерений должна быть выражена числом, содержащим не более двух значащих цифр.

10 Характеристики погрешности и контроль точности получаемых результатов анализа

10.1 Метод обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 2, при доверительной вероятности P = 0,95.

Таблица 2 — Нормативы точности результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$)

В процентах

Наименование элемента	Массовая доля элемента	Нормативы прецизионности		Границы погрешности $\pm \Delta$	Критическая разность CD
		Предел повторяемости (сходимости) r (d)	Предел воспроизводимости R (D)		
Олово, свинец, сурьма, медь	0,100	0,008	0,010	0,012	0,006
	1,00	0,05	0,07	0,05	0,04
	2,00	0,06	0,08	0,06	0,05
	5,00	0,10	0,14	0,10	0,08
	10,0	0,2	0,3	0,2	0,2
	20,0	0,5	0,5	0,4	0,3
	40,0	0,8	0,8	0,6	0,4
	60,0	1,2	1,2	0,9	0,6
	90,0	1,5	1,5	1,1	0,7
Кадмий, мышьяк, никель, цинк, железо, висмут, алюминий	0,0010	0,0002	0,0002	0,00012	0,0001
	0,0100	0,0011	0,0015	0,0012	0,0009
	0,0200	0,0021	0,0030	0,0024	0,0020
	0,050	0,006	0,008	0,006	0,005
	0,100	0,011	0,015	0,012	0,009
	0,200	0,018	0,025	0,018	0,015
	0,500	0,040	0,060	0,040	0,037
	1,00	0,05	0,07	0,050	0,04
	2,00	0,06	0,08	0,060	0,05

Для промежуточных значений массовых долей элементов допускаемые расхождения рассчитывают методом линейной интерполяции.

10.2 Контроль точности получаемых результатов анализа проводят по ГОСТ 25086, ГОСТ Р 8.563, ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р ИСО 5725-2, ГОСТ Р ИСО 5725-4, ГОСТ Р ИСО 5725-6 и [11].

Контроль точности результатов анализа включает в себя проверку прецизионности и правильности результатов анализов.

Нормативы прецизионности — предел повторяемости (сходимости) для двух результатов параллельных определений r (d) и предел воспроизводимости двух результатов анализа R (D) приведены в таблице 2.

10.3 Контроль повторяемости результатов анализа

Контроль повторяемости результатов анализа проводят в соответствии с разделом 9.

10.4 Контроль воспроизводимости результатов анализа

Проверку приемлемости результатов анализа, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р 5725-6, пункт 5.3, с использованием предела воспроизводимости, приведенного в таблице 2.

10.5 Контроль правильности результатов анализа проводят с помощью стандартных образцов, аттестованных смесей, методом добавок или другими методами, предусмотренными ГОСТ 25086, ГОСТ Р 8. 563 и [11], не реже одного раза в месяц, а также при замене реактивов, растворов и аппаратуры, после длительных перерывов в работе и других изменений, влияющих на результаты анализа.

Контроль правильности результатов анализа для целей настоящего стандарта в пределах одной лаборатории проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 4, используя в качестве норматива контроля погрешности критическую разность CD, приведенную в таблице 2.

При контроле правильности результатов анализа с помощью стандартных образцов и аттестованных смесей результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия

$$| X - C_{ат} | \le CD, \quad (3)$$

где X — результат определения массовой доли элемента в пробе, %;

$C_{ат}$ — содержание элемента в стандартном образце или аттестованной смеси, %.

При превышении критической разницы CD выясняют причину больших отклонений результатов от аттестованного значения.

Контроль правильности результатов анализа методом добавок приведен в приложении А.

10.6 Процедуры и периодичность контроля стабильности получаемых результатов анализа в пределах лаборатории проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 и [11], используя контрольные карты Шухарта или кумулятивные карты.

Приложение А
(рекомендуемое)

Оперативный контроль правильности (погрешности) методом добавок

Контроль правильности результатов анализа проводят методом добавок в рабочие пробы, подготовленные в соответствии с разделом 7. Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа.

Отобранный объем рабочей пробы делят на две части, первую из которых анализируют в соответствии с разделом 8 настоящего стандарта, и получают результат определения массовой доли элемента в пробе X_1 (%). Во вторую часть рабочей пробы перед доведением объема колбы до метки в соответствии с разделом 7 вносят добавку определяемого элемента, используя стандартные образцы, аттестованные смеси или растворы сравнения. Содержание добавки должно составлять от 50 % до 200 % от содержания элемента в пробе X_1 . Пробу с добавкой анализируют в соответствии с разделом 8 настоящего стандарта, получая результат определения массовой доли элемента в пробе с добавкой X_2 (%) .

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия

$$| X_1 - X_2 - C_{доб} | \le CD, \quad (A.1)$$

где X_1 — результат определения массовой доли элемента в пробе, %;

X_2 — результат определения массовой доли элемента в пробе с добавкой, %;

$C_{доб}$ — содержание элемента в добавке к пробе, исходя из значения его содержания в стандартном образце или аттестованной смеси, %;

CD — критическая разность, определяемая по формуле

$$CD = \sqrt{CD_1^2 + CD_2^2}, \quad (A.2)$$

где CD_1 — критическая разность, соответствующая массовой доле элемента в пробе без добавки X_1 (%), приведенная в таблице 2;

CD_2 — критическая разность, соответствующая массовой доле элемента в пробе с добавкой X_2 (%), приведенная в таблице 2.

При превышении критической разности измерения повторяют. В случае повторного превышения норматива CD выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Библиография

[1] Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. МИ 2336—2002	Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки
[2] Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. МИ 2334—2002	Смеси аттестованные. Общие требования к разработке
[3] Правила устройства электроустановок (утверждены Главгосэнергонадзором, 1985, 6-е изд.)	
[4] Правила эксплуатации электроустановок потребителей (утверждены Главгосэнергонадзором России 31.03.92, 5-е изд.)	
[5] Правила техники безопасности при эксплуатации установок потребителей (утверждены Главгосэнергонадзором 21.12.84, 4-е изд.)	
[6] Санитарные правила и нормы СанПиН 3183—84	Порядок накопления, транспортировки, обезвреживания и захоронения токсичных промышленных отходов (утверждены Минздравом СССР 29.12.1984)
[7] Строительные нормы и правила СНиП 2.09.04—87	Административные и бытовые здания
[8] Постановление Минтруда РФ от 30 декабря 1997 г. № 69	Об утверждении Типовых норм бесплатной выдачи специальной одежды, специальной обуви и других средств индивидуальной защиты работникам сквозных профессий и должностей всех отраслей экономики
[9] Технические условия ТУ 6-21-12—94	Аргон газообразный высокой чистоты. Технические условия
[10] Технические условия ТУ 113-12 -112—89	Мышьяк металлический для полупроводниковых соединений, ос. ч.
[11] Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. МИ 2335—2003	Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 621.791.35:669.65/4: 543.06:006.354 ОКС 77.120.60 В59

Ключевые слова: баббиты оловянные и свинцовые, элементы, примеси, определение массовой доли, атомно-эмиссионный спектральный анализ, индуктивно связанная плазма

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 23.09.2005. Подписано в печать 13.10.2005. Формат 60 × 84 $^{1}/_{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ.л. 1,86. Уч.-изд.л. 1,40. Тираж 165 экз. Зак. 779. С 2006.

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