МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 25086— 2011

ЦВЕТНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ СПЛАВЫ

Общие требования к методам анализа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь», Открытым акционерным обществом ОАО «Уралмеханобр»

2 ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 40 от 29 ноября 2011 г.)

За принятие 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	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 мая 2012 г. № 74-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 25086—2011 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 октября 2012 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 25086—87

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

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 или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты»

© Стандартинформ, 2012

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 3
4 Общие положения 4
5 Требования к отбору и подготовке проб 4
6 Требования к представлению значений точности в методиках анализа 4
7 Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, материалам и реактивам . . 4
8 Требования к выполнению анализа 6
9 Требования к обработке и представлению результатов анализа 6
10 Контроль качества результатов анализа 7
11 Требования безопасности 7
Приложение А (рекомендуемое) Методы проверки приемлемости результатов, получаемых в условиях повторяемости и воспроизводимости 9
Приложение Б (рекомендуемое) Контроль качества результатов анализа в пределах лаборатории 11
Библиография 12

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

Non-ferrous metals and their alloys. General requirements for methods of analysis

Дата введения — 2012—10—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам анализа цветных металлов и их сплавов, а также требования безопасности.

Настоящий стандарт не распространяется на твердосплавные материалы и металлы высокой чистоты.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.010—90 Государственная систем обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения[1)]

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[2)]

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

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563—2009 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений».

[2)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

Издание официальное

ГОСТ 12.4.011—89 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

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

ГОСТ 12.4.068—79 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты дерматологические. Классификация и общие требования

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

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

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 4919.2—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

ГОСТ ИСО 5725-1—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1, Основные положения и определения[1)]

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике[2)]

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

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

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования[3)]

ГОСТ 24231—80 Цветные металлы и сплавы. Общие требования к отбору и подготовке проб для химического анализа

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

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 25794.3—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29229—91 (ИСО 835-3—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 3. Пипетки градуированные с временем ожидания 15 с

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29252—91 (ИСО 385-2—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания

ГОСТ 29253—91 (ИСО 385-3—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 3. Бюретки с временем ожидания 30 с

СТ СЭВ 543—77 Числа. Правила записи и округления

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения».

[2)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

[3)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Примечание— При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии 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 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **методика количественного химического анализа; методика анализа:** Совокупность операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение результатов количественного химического анализа (далее — результаты анализа) с установленными характеристиками погрешности (неопределенности в соответствии с руководством [1]).

Примечания

1 Методика анализа является разновидностью методики выполнения измерений.

2 В качестве измеряемой характеристики принимают массовую долю одного или ряда компонентов состава пробы.

3.2 **результат анализа:** Среднее значение (среднеарифметическое значение или медиана) результатов единичного определения.

Примечание — Результат анализа по сути представляет собой среднее значение *n* результатов единичных определений.

3.3 **результат единичного определения:** Значение массовой доли компонента в пробе вещества (материала), полученное при однократной реализации процедуры анализа.

Примечание — В документе на методику анализа устанавливают, сколько результатов единичных определений (параллельных определений) должно быть получено, способы их усреднения и представления в качестве результата анализа. В самом простом случае (если методикой анализа не предусмотрено проведение параллельных определений) результат единичного определения является собственно результатом анализа.

3.4 **прецизионность:** Степень близости друг к другу результатов единичного определения (результатов анализа), полученных в конкретных регламентированных условиях.

3.5 **повторяемость:** Прецизионность в условиях повторяемости.

3.6 **условия повторяемости:** Условия, при которых результаты единичного определения получают по одной методике на идентичных пробах в одинаковых условиях и практически одновременно (результаты параллельных определений).

3.7 **среднеквадратическое (стандартное) отклонение повторяемости:** Среднеквадратическое отклонение (СКО) результатов единичного определения, полученных по методике в условиях повторяемости.

3.8 **предел повторяемости *r*:** Допускаемое для принятой вероятности 0,95 абсолютное расхождение наибольшего и наименьшего из *n* результатов единичного определения, полученных в условиях повторяемости.

3.9 **воспроизводимость:** Прецизионность в условиях воспроизводимости.

3.10 **условия воспроизводимости:** Условия, при которых результаты анализа получают по одной и той же методике на идентичных пробах, но в различных условиях (разное время, разные аналитики, разные партии реактивов одного типа, разные наборы мерной посуды, экземпляры средств измерений одного типа, разные лаборатории).

3.11 **среднеквадратическое (стандартное) отклонение воспроизводимости:** Среднеквадратическое отклонение результатов анализа, полученных в условиях воспроизводимости.

3.12 **предел воспроизводимости *R*:** Допускаемое для принятой вероятности 0,95 абсолютное расхождение между двумя результатами анализа, полученными в условиях воспроизводимости.

3.13 **показатели качества методики анализа (показатели точности, правильности, повторяемости, промежуточной прецизионности, воспроизводимости):** Приписанные характеристики погрешности методики анализа и ее (погрешности) составляющих.

3.14 **систематическая погрешность лаборатории** (при реализации методики анализа): Разность между математическим ожиданием результатов единичного анализа, полученных в отдельной

лаборатории, и истинным (или в его отсутствие — принятым опорным) значением определяемой характеристики.

3.15 **принятое опорное значение:** Значение, которое служит в качестве согласованного для сравнения.

Примечание — В методах оценки показателей качества методик анализа, рассматриваемых в настоящем стандарте, в качестве опорного значения могут быть приняты:

а) аттестованное значение стандартного образца;

б) аттестованное значение аттестованной смеси;

в) математическое ожидание измеряемой характеристики, т. е. среднее значение заданной совокупности результатов анализа, — лишь в том случае, когда перечисления а) и б) недоступны.

3.16 **погрешность результата анализа (результата единичного анализа):** Отклонение результата анализа (результата единичного анализа), полученного по аттестованной методике, от истинного (или в его отсутствие — принятого опорного) значения.

3.17 **промежуточная прецизионность:** Прецизионность в условиях, в которых результаты анализа получают по одной и той же методике на идентичных пробах при вариации одного (например, время) или нескольких (например, исполнители и время) факторов, формирующих разброс результатов анализа при применении методики в конкретной лаборатории.

3.18 **градуировочная характеристика средства измерений состава веществ и материалов:** Функциональная зависимость аналитического сигнала от массовой доли компонента, определяемого в пробе вещества (материала), выраженная в виде формулы, графика или таблицы.

3.19 **градуировочный образец:** Образец сравнения или набор таких образцов, используемый для градуировки средств измерений при анализе проб вещества.

Примечание — Разновидностями градуировочного образца являются градуировочный раствор или градуировочная смесь.

4 Общие положения

Методики анализа, применяемые при контроле качества цветных металлов и их сплавов, должны соответствовать требованиям ГОСТ 8.010, ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ ИСО/МЭК 17025 и настоящего стандарта.

5 Требования к отбору и подготовке проб

Отбор и подготовку проб металлов и сплавов проводят по ГОСТ 24231 и нормативным документам (НД) на конкретную продукцию.

6 Требования к представлению значений точности в методиках анализа

В документе на методику анализа должны быть представлены числовые значения норм погрешности анализа или значения характеристики погрешности (или ее составляющих) в соответствии с ГОСТ 8.010 и/или представлены сведения о точности (правильности и прецизионности) стандартного метода анализа в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1.

Примечание — При указании минимального набора метрологических характеристик методики анализа должны быть приведены значения погрешности (неопределенности) анализа, пределов повторяемости и воспроизводимости. По желанию разработчика, при необходимости, можно указывать и другие характеристики.

7 Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, материалам и реактивам

7.1 При проведении анализа применяют лабораторные весы по ГОСТ 24104. Класс точности весов должен быть указан в методике анализа.

7.2 Для проведения анализа применяют мерную лабораторную стеклянную посуду не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770, ГОСТ 29169, ГОСТ 29227, ГОСТ 29228, ГОСТ 29229, ГОСТ 29251, ГОСТ 29252, ГОСТ 29253, 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 изделия из платины по ГОСТ 6563, посуду из стеклоуглерода марки СУ-2000 по [2].

7.3 Для измерений промежутков времени менее 5 мин применяют песочные часы или секундомеры, более 5 мин — таймеры или часы любого типа.

7.4 Применяемые в методиках анализа средства измерений и испытательное оборудование должны проходить процедуру признания пригодности в соответствии с порядком, принятым на территории конкретного государства[1)].

7.5 Применяемые реактивы должны иметь квалификацию не ниже «чистый для анализа» (ч. д. а.). 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.

7.6 На каждую единицу потребительской тары с химическим реактивом и особо чистым веществом должна быть наклеена этикетка с указанием наименования реактива/вещества, обозначения соответствующего нормативного документа на реактив/вещество, квалификации, даты изготовления, срока хранения реактива.

7.7 Проверку пригодности к применению в лаборатории реактивов с истекшим сроком хранения следует проводить в соответствии с рекомендациями [3] или порядком, установленным в лаборатории.

При необходимости:

- на этикетку должна быть нанесена надпись, указывающая на особые условия хранения реактива/вещества;
- этикетка должна быть защищена от внешних воздействий.

7.8 Для приготовления растворов и при проведении анализов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709, если не предусмотрена другая.

7.9 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.).

7.10 Концентрацию растворов выражают:

- в единицах массовой концентрации: г/дм^3, г/см^3, мг/дм^3, мкг/см^3;
- в единицах молярной концентрации — моль/дм^3;
- относительной плотностью d с указанием вещества, по которому приводится плотность.

Содержание вещества в металлах и сплавах выражают массовой долей в процентах, млн$^{-1}$ (г/т, ppm).

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

7.12 Массовую концентрацию растворов титранта устанавливают не менее чем по трем аликвотным частям раствора или трем навескам материала с известным содержанием определяемого компонента.

Точность установления массовой концентрации определяют конкретными условиями приготовления и назначения раствора.

7.13 Для приготовления растворов с известной концентрацией металлов применяют металлы и их соединения, содержащие не менее 99,9 % основного вещества, если в нормативных документах на метод анализа не указано иное; допускается использовать государственные стандартные образцы (ГСО) состава растворов ионов металлов.

Для приготовления растворов с известной концентрацией допускается использовать государственные стандартные образцы (ГСО) состава растворов ионов этих элементов.

7.14 Растворы химических реактивов готовят в соответствии с ГОСТ 4212, ГОСТ 4517, ГОСТ 4919.1, ГОСТ 4919.2, ГОСТ 25794.1, ГОСТ 25794.2, ГОСТ 25794.3, ГОСТ 27025.

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

7.16 Термин «теплый» означает, что раствор должен иметь температуру от 40 °С до 75 °С. Термин «горячая вода (раствор)» означает, что вода (раствор) имеет температуру выше 75 °С. Термин «охлаждение» означает охлаждение до температуры от 15 °С до 25 °С.

[1)] На территории Российской Федерации действует следующий порядок: применяемые при реализации методик анализа средства измерений должны быть поверены или откалиброваны; испытательное оборудование должно быть аттестовано.

7.17 Подготовку средств измерений и испытательного оборудования к измерениям и выполнение измерений проводят в соответствии с инструкциями по эксплуатации на эти приборы.

При использовании (спектро)фотометрических методов анализа толщину поглощающего свет слоя кюветы и длину волны измеряемого компонента подбирают таким образом, чтобы обеспечить проведение измерений в оптимальной области оптических плотностей для применяемого средства измерений.

При использовании методов атомной абсорбции длину волны, состав газа пламени — восстановительное или окислительное, его действие, расход, тип горелки и другие условия выбирают так, чтобы достигнуть оптимальных параметров по точности и чувствительности измеряемого компонента.

При использовании методов анализа атомной спектрометрии при условии достижения метрологических характеристик, указанных в документах на методы анализа, допускается:

- использовать для градуировки растворы с введением нескольких определяемых компонентов;
- изменять диапазон измеряемых компонентов в растворах для градуировки при условии соблюдения градуировочной функции;
- использовать при проведении измерений абсорбции другие резонансные спектральные линии;
- использовать автоматизированные системы построения градуировочных графиков, проводить измерения в автоматизированном режиме с выдачей результата измерений на бумажном или электронном носителе;
- последовательно измерять несколько компонентов из одной навески пробы после ее разложения и соответствующего разбавления раствора таким образом, чтобы масса измеряемого компонента в нем находилась в пределах его массовой концентрации в растворах для градуировки.

7.18 При необходимости идентификации основных компонентов в пробе рекомендуется проводить предварительный качественный анализ.

8 Требования к выполнению анализа

8.1 При выполнении анализа могут быть использованы следующие методы: электрогравиметрический, фотометрический, атомно-абсорбционный, атомно-эмиссионный с фотоэлектрической регистрацией спектра (спектральный), атомно-эмиссионный с индуктивно связанной плазмой и др. Выбор методов обусловлен наличием в лаборатории средств измерений, испытательного оборудования.

8.2 Если при выполнении анализа предусматривается установление градуировочной характеристики средства измерений состава веществ и материалов, то в соответствующем разделе методики анализа приводят способы ее установления и контроля, а также порядок приготовления и применения градуировочных образцов, в качестве которых используют стандартные образцы по ГОСТ 8.315 и аттестованные смеси в соответствии с рекомендациями [4].

8.3 Одновременно в тех же условиях, при необходимости, проводят контрольный (холостой) опыт для внесения поправки в результаты анализа, если проведение контрольного опыта регламентировано методикой. Число параллельных определений при контрольном опыте соответствует числу параллельных определений, указанных в методике анализа.

8.4 Условия окружающей среды должны обеспечивать правильность выполнения анализа и соответствовать требованиям, указанным в методиках анализа либо в инструкциях по эксплуатации оборудования.

9 Требования к обработке и представлению результатов анализа

9.1 За результат анализа принимают среднее значение (среднеарифметическое значение или медиану) результатов параллельных определений. Число параллельных определений, усредняемых при вычислении результата анализа, указывают в методике анализа.

Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение показателя точности, указанное в методике анализа.

9.2 Расхождение наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений при анализе пробы при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должно превышать предела повторяемости r_n, значение которого приводится в методике анализа.

Если расхождение наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений превышает значение r_n, процедуру анализа повторяют. Проверку приемлемости проводят согласно методике анализа. Могут быть использованы также методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6, а также методы, приведенные в приложении А.

Допускается представлять предел повторяемости r_n для отдельных массовых долей с расчетом его значения для промежуточных массовых долей путем линейной интерполяции.

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

Примечание — Если определения выполняют в условиях какого-либо типа промежуточной прецизионности, то предел повторяемости r_n следует заменить пределом промежуточной прецизионности.

9.3 Округление результатов анализа проводят в соответствии с требованиями СТ СЭВ 543.

9.4 Результат анализа представляют в виде

$$\overline{X} \pm \Delta,$$

где $\overline{X}$ — результат анализа;

Δ — значение погрешности.

10 Контроль качества результатов анализа

Контроль качества результатов анализа в пределах лаборатории организуют и проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6, рекомендациями [5] и согласно приложению Б. Периодичность получения результатов контрольных процедур и формы их регистрации приводят в документах лаборатории, устанавливающих порядок и содержание работ по организации методов контроля стабильности результатов анализа в пределах лаборатории.

11 Требования безопасности

11.1 Подготовку проб к анализу, проведение анализа (растворение в кислотах, щелочах и пр.) и все операции химического анализа, связанные с выделением ядовитых паров или газов, следует выполнять в вытяжных шкафах или боксах, оборудованных местным отсасывающим устройством по ГОСТ 12.4.021.

В лабораторных помещениях допускается хранение реактивов в шкафу, оборудованном вытяжной вентиляцией с коррозионно-стойким покрытием в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021.

11.2 Лабораторные помещения должны быть оборудованы общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией согласно ГОСТ 12.4.021.

11.3 При выполнении анализа в воздух рабочей зоны могут выделяться вредные вещества, предельно допустимые концентрации (ПДК) которых в воздухе рабочей зоны должны соответствовать ГОСТ 12.1.005 и гигиеническим нормативам [6].

11.4 Контроль содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны следует осуществлять в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.1.016.

11.5 Лабораторные помещения, в которых выполняют работу по химическому анализу исследуемого материала, должны соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и правилам [7]. Средства и способы пожаротушения следует применять по ГОСТ 12.4.009 в зависимости от источника возникновения и характера пожара.

11.6 При работе с горючими и взрывоопасными газами следует соблюдать требования ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.010. При использовании газов в баллонах следует соблюдать требования правил [8].

11.7 Электротехнические контрольно-измерительные приборы и лабораторное оборудование, а также условия их эксплуатации должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.019, ГОСТ 12.1.030, ГОСТ 12.2.007.0 и стандарта [9]. Заземление должно соответствовать требованиям правил [10].

11.8 Организация обучения и проверки знаний требований безопасности труда работающими — по ГОСТ 12.0.004.

11.9 Персонал лаборатории должен быть обеспечен специальной одеждой, специальной обувью и другими средствами индивидуальной защиты в соответствии с ГОСТ 12.4.011, ГОСТ 12.4.068 и правилами и нормами, принятыми на территории каждой страны СНГ.

11.10 Персонал лаборатории должен быть обеспечен санитарно-бытовыми помещениями по группе производственных процессов 3а в соответствии со строительными нормами [11].

11.11 При переносе бутылей с кислотами, щелочами и аммиаком должна быть предусмотрена надежная защита тары от повреждений (обрешетки и др.).

11.12 При использовании исходных материалов, обладающих вредными и опасными свойствами, следует соблюдать требования безопасности, регламентированные нормативными документами на соответствующие реактивы.

11.13 Каждый источник возбуждения спектров должен иметь металлический кожух или экран для защиты от электромагнитного и ультрафиолетового излучений, электроблокировки для защиты от случайного прикосновения к токоведущим частям.

11.14 При выполнении рентгеноспектрального анализа необходимо соблюдать правила радиационной безопасности в соответствии с санитарно-эпидемиологическими правилами и нормами радиационной безопасности, принятыми на территории каждой страны СНГ.

11.15 Отработанные кислоты и щелочи следует собирать раздельно в специальные емкости; после нейтрализации сливать в канализацию или в соответствии с местными условиями — в специально отведенное для этих целей место.

11.16 При проведении анализов с применением растворителей или хлоропроизводных углеводородов необходимо использовать средства индивидуальной защиты с учетом способов проникновения этих веществ внутрь организма (например, через кожные покровы, дыхательные пути).

11.17 Освещенность рабочих мест должна соответствовать требованиям санитарных правил и норм, принятых на территории каждой страны СНГ.

Приложение А
(рекомендуемое)

Методы проверки приемлемости результатов, получаемых в условиях повторяемости и воспроизводимости

А.1 Проверку приемлемости результатов параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, осуществляют при получении каждого результата анализа рабочих проб.

А.2 Процедура проверки приемлемости результатов предусматривает сравнение абсолютного расхождения между наибольшим $X_{max,\ n}$ и наименьшим $X_{min,\ n}$ n результатами единичного анализа r_k, выполненными в соответствии с методикой анализа, с пределом повторяемости r_n.

Если выполняется условие

$$r_k = X_{max,\ n} - X_{min,\ n} \le r_n, \qquad (А.1)$$

то за результат анализа принимают среднеарифметическое значение n результатов единичного анализа X_i (i = 1, ... , n).

Если в методике анализа показатель повторяемости задан в виде среднеквадратического отклонения (СКО), то предел повторяемости рассчитывают по формуле

$$r_n = Q(P,\ n)\sigma_r, \qquad (А.2)$$

где $Q(P, n)$ — коэффициент, зависящий от числа n результатов единичного анализа, полученных в условиях повторяемости и доверительной вероятности P. Значения коэффициента Q для принятой вероятности P = 0,95 приведены в таблице А.1;

σ_r — СКО повторяемости, регламентированное в методике анализа.

Таблица А.1 — Значения коэффициента $Q(P, n)$ для доверительной вероятности P = 0,95

n или $(n + m)$	$Q(P, n)$	n или $(n + m)$	$Q(P, n)$
2	2,8	7	4,2
3	3,3	8	4,3
4	3,6	9	4,4
5	3,9	10	4,5
6	4,0		

Если условие (А.1) не выполняется, проводят процедуру, описанную А.1.3.

А.3 Получают еще m параллельных определений, при этом $m = n$, если анализ не является дорогостоящим, и m = 1, если анализ дорогостоящий.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение $n + m$ результатов единичного анализа при выполнении условия

$$r_k = X_{max,\ n+m} - X_{min,\ n+m} \le CR_{0,95}(n + m), \qquad (А.3)$$

где $X_{max,\ n+m}$ — максимальный из $n + m$ результатов единичного анализа;

$X_{min,\ n+m}$ — минимальный из $n + m$ результатов единичного анализа;

$CR_{0,95}(n + m)$ — значение критического диапазона для числа результатов единичного анализа $n + m$.

Значение критического диапазона $CR_{0,95}(n + m)$ рассчитывают по формуле

$$CR_{0,95}(n + m) = Q(P,\ n + m)\sigma_r, \qquad (А.4)$$

где $Q(P, n + m)$ — коэффициент, зависящий от числа $n + m$ результатов единичного анализа, полученных в условиях повторяемости и доверительной вероятности P. Значения коэффициента $Q(P, n + m)$ для принятой вероятности P = 0,95 приведены в таблице А.1;

σ_r — СКО повторяемости, установленное в методике анализа.

А.4 Если условие (А.3) не выполняется, необходимо выяснить причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа, и принять меры к их устранению или за окончательный результат анализа может быть принята медиана $X_{med(n+m)}(n + m)$ результатов единичного анализа.

А.5 Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно ГОСТ ИСО 5725-6.

А.6 При оценке приемлемости двух результатов анализа, полученных по одной методике анализа с различными значениями показателей прецизионности (при их интервальном представлении), пределы повторяемости r, промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}$ и воспроизводимости R рассчитывают по формулам

$$r = 0{,}71\sqrt{r_1^2 + r_2^2}, \tag{А.5}$$

где r_1 и r_2 — показатели повторяемости для значения определяемого компонента в пробе;

$$R_{I(TO)} = 0{,}71\sqrt{R_{I(TO)1}^2 + R_{I(TO)2}^2}, \tag{А.6}$$

где $R_{I\,(TO)1}$ и $R_{I\,(TO)2}$ — показатели промежуточной прецизионности;

$$R = 0{,}71\sqrt{R_1^2 + R_2^2}, \tag{А.7}$$

где R_1 и R_2 — показатели воспроизводимости.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Контроль качества результатов анализа в пределах лаборатории

Б.1 Контроль точности результатов анализа в пределах лаборатории осуществляют для методик анализа с установленными показателями точности (правильности и прецизионности) и допущенными к применению в установленном порядке в соответствии с рекомендациями [5], [12] и ГОСТ ИСО 5725-6.

Б.2 При реализации методик анализа в лаборатории обеспечивают оперативный контроль процедуры анализа и контроль стабильности результатов анализа.

Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа должен быть приведен в документе на методику анализа.

Процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в руководстве по качеству лаборатории.

Б.3 В качестве средств контроля могут быть использованы:

- образцы для контроля (ОК): стандартные образцы (СО) по ГОСТ 8.315 или аттестованные смеси (АС) по рекомендациям [4];
- рабочие пробы с известной добавкой определяемого компонента;
- рабочие пробы стабильного состава;
- рабочие пробы, разбавленные в определенном соотношении;
- другие методики анализа с установленными показателями точности (контрольные методики).

Б.4 Контроль процедуры анализа с применением образцов для контроля (ОК) состоит в сравнении результата контрольного определения аттестованной характеристики образца для контроля $\bar{X}$ с аттестованным значением С по рекомендациям [5]. При этом применяемые ОК должны быть адекватны анализируемым пробам (возможные различия в составах анализируемых проб не должны вносить в результаты анализа статистически значимую погрешность). Погрешность аттестованного значения ОК должна быть не более одной трети от характеристики погрешности результатов анализа.

Если при проведении контроля применяют образцы для контроля, которые не использовались при установлении показателя точности результатов анализа, в случае превышения погрешности ОК одной трети погрешности методики анализа, допускается норматив контроля K рассчитывать по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{AT}^2 + \Delta_{\bar{X}}^2}, \qquad (Б.1)$$

где Δ_{AT} — погрешность аттестованного значения ОК;

$\Delta_{\bar{X}}$ — значение показателя точности результатов анализа, соответствующее аттестованному значению ОК.

Б.5 Оперативный контроль процедуры анализа с применением метода добавок, контрольной методики анализа или метода разбавления пробы реализуют в соответствии с алгоритмами, приведенными в рекомендациях [5].

Допускается использовать и другие способы оперативного контроля процедуры анализа.

Б.6 Для проверки стабильности результатов анализа в пределах лаборатории используют процедуры контроля согласно ГОСТ ИСО 5725-6 и рекомендациям [5].

Б.7 Выбор способа контроля зависит от анализируемых объектов и показателей, методов анализа, стоимости и длительности проведения анализа и т. п.

Библиография

[1] Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК «Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях». Перевод с английского. Второе издание ВНИИМ им. Менделеева, С-Пб., 2002 г.

[2] ТУ 1916-027-02728846—01 Изделия из стеклоуглерода марки СУ-2000 (тигли, чаши)[1)]

[3] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 59—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Проверка пригодности к применению в лаборатории реактивов с истекшим сроком хранения способом внутрилабораторного контроля точности измерений

[4] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 60—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

[5] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 76—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

[6] Гигиенические нормативы ГН 2.2.5.1313—03 Химические факторы производственной среды. Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны[1)]

[7] ППБ 01-03 Правила пожарной безопасности в Российской Федерации, утвержденные МЧС РФ от 18 июня 2003 г. № 313[1)]

[8] ПБ 03-576—03 Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные Постановлением Госгортехнадзора РФ от 11 июня 2003 г. № 91[1)]

[9] ГОСТ Р 51350—99 (МЭК 61010-1—90) Система стандартов безопасности труда. Безопасность электрических контрольно-измерительных приборов и лабораторного оборудования. Часть 1. Общие требования[1)]

[10] Правила устройства электроустановок, утвержденные Министерством энергетики РФ. Приказ № 204 от 8 июля 2002 г.[1)]

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

[12] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 61—2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

[1)] Действует на территории Российской Федерации.

УДК 669.2/8:006.354 МКС 77.160 В59

Ключевые слова: цветные металлы и их сплавы, отбор и подготовка проб, средства измерения, показатели точности

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 26.09.2012. Подписано в печать 24.10.2012. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,50. Тираж 121 экз. Зак. 934.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

Изменение № 1 ГОСТ 25086—2011 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 77-П от 29.05.2015)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 10923

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: AZ, BY, KG, RU, TJ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации*

Раздел 2. Заменить ссылки:

ГОСТ 8.010—90 на ГОСТ 8.010—2013; ГОСТ 1770—74 на ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80); ссылку на ГОСТ 8.315—97 после наименования дополнить знаком сноски — [3)];

дополнить сноской — [3)]:

«[3)] На территории Российской Федерации в части приложений Г и Д действует ГОСТ Р 8.753—2011 «Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы материалов (веществ). Основные положения».

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.20—3.22:

«3.20 **аликвота:** Определенный объем жидкого, газообразного или сыпучего гомогенного вещества, представляющий собой часть целого.

3.21 **отбор пробы вещества (материала) (объекта аналитического контроля):** Отделение части вещества (материала) объекта аналитического контроля с целью формирования пробы для последующего определения ее состава, структуры и/или свойств.

3.22 **стандартный образец:** Образец вещества (материала) с установленными по результатам испытаний значениями одной и более величин, характеризующих состав или свойство этого вещества (материала)».

Пункт 7.12. Первый абзац. Заменить слова: «аликвотным частям» на «аликвотам».

Пункт 7.13. Заменить слова: «государственные стандартные образцы (ГСО)» на «стандартные образцы (СО)».

Приложение А. Пункт А.2. Последний абзац. Заменить ссылку: «А.1.3» на «А.3».

Библиографические данные. Заменить код: МКС 77.160 на МКС 77.120.01.

(ИУС № 12 2015 г.)

* Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2016—01—01.

gost.e-ecolog.ru