

БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ

Методы определения сурьмы

Tin bronze. Methods for the determination of stibium

ГОСТ

1953.10—79*

[СТ СЭВ 1542—79]

Взамен

ГОСТ 1953.10—74

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 октября 1979 г. № 3899 срок действия установлен

с 01.01.81

до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы с кристаллическим фиолетовым (от 0,001 до 0,6 %), экстракционно-фотометрический метод определения сурьмы с бриллиантовым зеленым (от 0,2 до 0,6 %) и атомно-абсорбционный метод определения сурьмы (от 0,001 до 0,05 % и от 0,05 до 0,6 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1542—79.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—81 при трех параллельных определениях.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ С КРИСТАЛЛИЧЕСКИМ ФИОЛЕТОВЫМ

{от 0,001 до 0,6 %}

2.1. Сущность метода

Метод включает выделение сурьмы с осаждением ее с оловянной кислотой, или с гидратированной двуокисью марганца, экстр-

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание, июнь 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в феврале 1983 г.; Пост. № 898 от 22.02.83 (ИУС 6—83)

ракцию пятивалентной сурьмы толуолом в виде гексахлоростибата кристаллического фиолетового и измерение оптической плотности экстракта.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Церий (IV) сернистый, раствор 0,4 г/дм³ в 0,25 М серной кислоте.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор 10 г/дм³.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, раствор 1 г/дм³.

Марганец сернистый по ГОСТ 435—77, раствор 10 г/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 7:3 и 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1 и 0,25 М раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Олово двуххлористое по ГОСТ 36—78, раствор 100 г/дм³ в соляной кислоте, разбавленной 1:1.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор 100 г/дм³.

Мочевина по ГОСТ 6691—82, насыщенный раствор; готовят следующим образом: 100 г мочевины растворяют в 100 см³ горячей воды.

Кристаллический фиолетовый, раствор 2 г/дм³.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Натрий сернистый безводный по ГОСТ 4166—76.

Сурьма по ГОСТ 1089—82, марки Су0 или Су00.

Стандартные растворы сурьмы. Раствор А; готовят следующим образом: 0,1 г сурьмы растворяют при нагревании в 50 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, добавляют 175 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г сурьмы.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 70 см³ концентрированной соляной кислоты, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г сурьмы.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77.

Промывная жидкость; готовят следующим образом: 10 г азотнокислого аммония растворяют в 200 см³ воды с добавлением 10 см³ концентрированной азотной кислоты и разбавляют водой до 1 дм³.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску бронзы (см. таблицу) помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 5—10 см³ азотной кислоты, разбав-

Массовая доля сурьмы, %	Масса навески, г	Объем раствора после разбавления, см ³	Объем аликвотной части, см ³	Навеска соответствующая аликвотной части, г
От 0,001 до 0,005	0,5	10	Весь раствор	0,50
Св. 0,005 > 0,025	0,5	25	5	0,10
> 0,025 > 0,1	0,5	100	5	0,025
> 0,1 > 0,25	0,2	250	10	0,008
> 0,25 > 0,6	0,2	250	5	0,004

ленной 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании.

Раствор охлаждают, часовое стекло ополаскивают водой, добавляют воду до объема 50 см³, прибавляют небольшое количество фильтробумажной массы и оставляют на 1—2 ч.

Осадок отфильтровывают на плотный фильтр, промывая стакан и осадок 10—12 раз промывной жидкостью.

Фильтр с осадком переносят в стакан, в котором производилось осаждение, прибавляют 10—15 см³ концентрированной серной кислоты, 20—25 см³ концентрированной азотной кислоты и упаривают раствор до начала выделения белого дыма серной кислоты. Если раствор окрашен, добавляют еще 5—10 см³ концентрированной азотной кислоты и повторяют выпаривание. Стакан охлаждают, стенки стакана ополаскивают водой и упаривают до получения влажных солей. После охлаждения к остатку добавляют 7 см³ соляной кислоты, разбавленной 7:3, и нагревают до растворения. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100—150 см³, ополаскивают стакан 3 см³ соляной кислоты, разбавленной 7:3. При массовой доле сурьмы свыше 0,005 % раствор переносят в соответствующую мерную колбу (см. таблицу) и разбавляют до метки соляной кислотой, разбавленной 7:3. В этом случае отбирают аликвотную часть раствора в делительную воронку вместимостью 100—150 см³ и доливают соляной кислотой, разбавленной 7:3, до 10 см³, добавляют 1—2 капли раствора двухлористого олова до обесцвечивания раствора, перемешивают и оставляют на 1 мин. В делительную воронку добавляют 1 см³ раствора азотистокислого натрия, воронку закрывают пробкой и встряхивают 2 мин.

Через 2 мин добавляют 1 см³ раствора мочевины и перемешивают 30 с. Затем добавляют 70 см³ воды, 10 капель раствора кристаллического фиолетового и перемешивают. Добавляют 25 см³ толуола и экстрагируют в течение 1 мин. По другому варианту добавляют к 10 см³ солянокислого раствора в делительной воронке 0,5 см³ раствора церия (IV), перемешивают, через 1 мин добавля-

ют 1 см³ раствора солянокислого гидроксилamina, перемешивают и, спустя 1 мин, добавляют 60 см³ воды. Раствор перемешивают, прибавляют 50 см³ толуола, 10 капель раствора кристаллического фиолетового и экстрагируют 1 мин.

После разделения фаз нижний водный слой отбрасывают, а органический слой переливают в сухой стакан вместимостью 50 см³, содержащий 0,3—0,5 г безводного сернокислого натрия.

Измеряют оптическую плотность экстракта на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете с толщиной поглощающего слоя 2 см или на спектрофотометре при 610 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см. Раствором сравнения служит вода.

Примечание. В том случае, если анализ не будет закончен в течение дня, он может быть прерван после упаривания раствора с серной кислотой.

2.1—2.3.1. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.1а. При осаждении сурьмы на гидроокиси марганца навеску бронзы (см. таблицу) помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 5—10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. После растворения раствор разбавляют водой до 100 см³. Полученный раствор нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроокиси меди, не исчезающей во время перемешивания (рН 3 по универсальной индикаторной бумаге), добавляют пипеткой 0,5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, 1 см³ раствора марганцовокислого калия и раствор нагревают почти до кипения. Затем добавляют 5 см³ раствора сернокислого марганца и кипятят 2 мин (при массовой доле марганца в сплаве более 2 %, раствор сернокислого марганца не добавляют). Раствор оставляют на 1 ч при 30—40 °С, после чего выделившийся осадок отфильтровывают на плотный фильтр и промывают 4—5 раз горячей азотной кислотой, разбавленной 1:100. Фильтр с осадком помещают в стакан, в котором производилось осаждение, добавляют 10—15 см³ серной кислоты, 20—25 см³ азотной кислоты и выпаривают раствор до густого белого дыма серной кислоты. Если оставшийся раствор окрашен, добавляют еще 5—10 см³ азотной кислоты и повторяют выпаривание. После охлаждения стенки стакана ополаскивают водой и упаривают раствор до получения влажных солей, далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2.3.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью по 150 см³ вводят: 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 мл раствора Б сурьмы и доливают соляной кислотой, разбавленной 7:3, до 10 см³, добавляют 1—2 капли раствора двухлористого олова, перемешивают и оставляют на 1 мин. Затем добавляют 1 см³ раствора азотистокислого натрия и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю сурьмы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса сурьмы, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески бронзы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения (Y) результатов анализа в процентах не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$Y = 0,0004 + 0,05 X,$$

где X — массовая доля сурьмы в сплаве, %.

3. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ С БРИЛЛИАНТОВЫМ ЗЕЛЕНЫМ (от 0,2 до 0,6 %)

3.1. Сущность метода

Метод основан на экстракции толуолом окрашенного в сине-зеленый цвет гексахлоростибата бриллиантового зеленого и измерении оптической плотности экстракта. Метод позволяет определять сурьму на фоне всех компонентов бронзы без их предварительного отделения.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 3:1 и 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:5.

Смесь кислот; готовят следующим образом: смешивают три части концентрированной серной и одну часть концентрированной азотной кислот.

Олово двухлористое по ГОСТ 36—78, свежеприготовленный раствор, 100 г/дм³ в соляной кислоте, разбавленной 1:1.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор 100 г/дм³.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, насыщенный раствор; готовят следующим образом: 100 г мочевины растворяют в 100 см³ горячей воды.

Натрий серноокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Бриллиантовый зеленый, раствор 2 г/дм³ в воде.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Сурьма по ГОСТ 1089—82, марки Су0 или Су00.

Стандартные растворы сурьмы. Раствор А; готовят следующим образом: 0,05 г сурьмы растворяют при нагревании в 25 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки серной кислотой, разбавленной 1:5, и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г сурьмы.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 3:1, и перемешивают. Раствор Б готовят в день применения.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г сурьмы.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. 0,1 г бронзы помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 8 см³ смеси кислот, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. После растворения навески часовое стекло ополаскивают водой и раствор упаривают до появления белого дыма серной кислоты. После охлаждения ополаскивают стенки стакана и часовое стекло небольшим количеством воды и повторяют выпаривание. К остатку осторожно приливают 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 3:1, растворяют соли и раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки соляной кислотой, разбавленной 3:1, и перемешивают.

В делительную воронку вместимостью 100—150 см³ отбирают 5 см³ полученного раствора, добавляют две капли раствора двухлористого олова, перемешивают и оставляют на 1 мин. Затем вводят 1 см³ раствора азотистокислого натрия, хорошо перемешивают и оставляют на 5 мин. После этого добавляют 1 см³ раствора мочевины, перемешивают 30 с и разбавляют водой до 50 см³. Затем вводят 1 см³ раствора бриллиантового зеленого, 30 см³ толуола и экстрагируют в течение 1 мин.

После раздела фаз нижний водный слой выбрасывают, а органический слой переливают в сухой стакан вместимостью 50 см³, содержащий 0,3—0,5 г безводного сернистого натрия. Через 10 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при 640 нм или на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром в кювете 1 см. Раствором сравнения служит толуол.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью по 100 см³ вводят 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 3,5 см³ стандартного раствора Б сурьмы и доливают соляной кислотой, разбавленной 3:1, до 5 см³. Затем добавляют две капли раствора двухлористого олова, перемешивают и оставляют на 1 мин. После этого вводят 1 см³ раствора азотистокислого натрия и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю сурьмы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса сурьмы, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения (Y) результатов анализа в процентах не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$Y = 0,03 + 0,03 X,$$

где X — массовая доля сурьмы в сплаве, %.

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ

(от 0,001 до 0,05 %)

4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами сурьмы, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух после предварительного выделения сурьмы осаждением ее с двуокисью марганца.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для сурьмы.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1 и 1,5М раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, 1:4 и 2,5 М раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 1М раствор.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Марганец азотнокислый по ГОСТ 6203—77, раствор 20 г/дм³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор 10 г/дм³.

Водорода перекись (пергидроль) по ГОСТ 10929—76.

Сурьма по ГОСТ 1089—82 с массовой долей сурьмы не менее 99,9 %.

Стандартные растворы сурьмы.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,25 г сурьмы растворяют при нагревании в 10 см³ концентрированной серной кислоты, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают до метки 2,5 М раствором серной кислоты.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г сурьмы.

Раствор Б; готовят следующим образом:

10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки 2,5 М раствором серной кислоты.

1 см³ раствора Б содержит 0,00005 г сурьмы.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Для бронз, с массовой долей кремния менее 0,05 %

Навеску бронзы массой 2 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Окислы азота удаляют кипячением и раствор разбавляют водой до объема 50 см³.

Добавляют 5 см³ раствора азотнокислого марганца, раствор нейтрализуют аммиаком до появления осадка гидроксида меди, добавляют 18 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и воды до объема 90 см³. Раствор нагревают до кипения, добавляют 10 см³ раствора марганцовокислого калия и кипятят в течение 2 мин. Через 30 мин осадок отфильтровывают на плотный фильтр и промывают стакан и осадок 4—5 раз горячим 1,5М раствором азотной кислоты. Осадок с развернутого фильтра смывают водой в стакан, в котором проводили осаждение, фильтр промывают 10 см³ горячего раствора серной кислоты, разбавленной 1:4, содержащим несколько капель раствора перекиси водорода, а затем водой. Промытый фильтр отбрасывают, а раствор выпаривают до влажных солей. После охлаждения добавляют 8 см³ 1М раствора соляной кислоты; при массовой доле сурьмы менее 0,02 % раствор переносят в мерную колбу или градуированную пробирку вместимостью 10 см³, при массовой доле сурьмы свыше 0,02 % раствор переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³ и доливают до метки 1М раствором соляной кислоты. Измеряют атомную абсорбцию сурьмы в пламени ацетилен-воздух при длине волны 217,6 или 231,1 нм параллельно с градуировочными растворами.

4.3.2. Для бронз, с массовой долей кремния свыше 0,05 %

Навеску бронзы массой 2 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1 и 2 см³ фтористоводородной кислоты. После растворения добавляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, стенки чашки ополаскивают 20 см³ воды, нагревают раствор, переносят в стакан вместимостью 250 см³, доливают водой до объема 50 см³, добавляют 5 см³ раствора азотнокислого марганца и далее анализ ведут, как указано в п. 5.3.1.

4.3.3. Построение градуировочного графика

В семь из восьми стаканов вместимостью по 250 см³ помещают 0,4; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б.

Во все стаканы добавляют воды до объема 50 см³, добавляют по 5 см³ раствора азотнокислого марганца и далее анализ ведут, как указано в п. 4.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю сурьмы (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация сурьмы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем конечного раствора пробы, см³;

m — масса навески, г.

4.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, вычисленных по формуле п. 2.4.2.

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУРЬМЫ

{от 0,05 до 0,6%}

5.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами сурьмы, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для сурьмы.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и 2М и 1М растворы.

Смесь кислот для растворения готовят следующим образом: объем азотной кислоты смешивают с тремя объемами соляной кислоты.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Сурьма по ГОСТ 1089—82 с массовой долей сурьмы не менее 99,9%.

Стандартный раствор сурьмы готовят следующим образом: 0,25 г сурьмы растворяют при нагревании в 10 см³ серной кислоты, раствор охлаждают, разбавляют 2М раствором соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доливают до метки 2М раствором соляной кислоты.

1 см³ раствора содержит 0,0005 г сурьмы.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ смеси кислот. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки 1М раствором соляной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию сурьмы в пламени ацетилен-воздух при длине волны 217,6 или 231,1 нм параллельно с градуировочными растворами.

5.3.2. Построение градуировочного графика

В девять из десяти мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,4; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 и 14,0 см³ стандартного раствора сурьмы и доливают до метки 2М раствором соляной кислоты. Измеряют атомную абсорбцию сурьмы, как указано в п. 5.3.1. По полученным данным строят градуировочный график.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю сурьмы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация сурьмы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем конечного раствора пробы, см³;

m — масса навески, г.

5.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, вычисленных по формуле п. 2.4.2.

Разд. 4, 5. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 16.08.90 № 2414

Дата введения 01.03.91

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «в оловянных бронзах по ГОСТ 614—73 и ГОСТ 613—79».

По всему тексту стандарта заменить единицу: М на моль/дм³.

Пункт 1.1. Заменить слова: «по ГОСТ 25086—81 при трех параллельных определениях» на «по ГОСТ 25086—87 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1—79».

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n=3$), указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля сурьмы, %	d , %	D , %
От 0,001 до 0,005 включ.	0,0005	0,0007
Св. 0,005 до 0,01 »	0,001	0,001
» 0,01 » 0,025 »	0,002	0,003
» 0,025 » 0,05 »	0,004	0,006
» 0,05 » 0,10 »	0,010	0,01
» 0,10 » 0,20 »	0,020	0,03
» 0,20 » 0,60 »	0,030	0,04

Раздел 2 дополнить пунктами — 2.4.3, 2.4.4: «2.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

2.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315—78, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n=3$), указанных в табл. 1».

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.4.3, 3.4.4: «3.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

3.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315—

(Продолжение см. с. 82)

—78, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Пункт 4.4.2 изложить в новой редакции: «4.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n=3$), указанных в табл. 1».

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.4.3, 4.4.4:

«4.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

4.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315—78, или сопоставлением результатов, полученных экстракционно-фотометрическим методом, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Пункт 5.4.2 изложить в новой редакции: «5.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n=3$), указанных в табл. 1».

Раздел 5 дополнить пунктами — 5.4.3, 5.4.4: «5.4.3. Расхождения результатов анализа, или двух результатов, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

5.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315—78, или сопоставлением результатов, полученных любым из фотометрических методов, в соответствии с ГОСТ 25086—87».

(ИУС № 11 1990 г.)