

Изменение № 3 ГОСТ 24147—80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 21 от 28.05.2002)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 4156

За принятие изменения проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|----------------------------|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Армения | Армгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Республики Беларусь |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Кыргызская Республика | Кыргызстандарт |
| Республика Молдова | Молдова-Стандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикстандарт |
| Туркменистан | Главгосслужба «Туркменстандарт-лары» |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «и получаемый с применением сырья, не содержащего примесей мышьяка и сурьмы»; последний абзац изложить в новой редакции:

«Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1987 г.) — 17,03».

По всему тексту стандарта заменить обозначения: «ос. ч. 25—5» на «ос. ч. 23—5», «ос. ч. 17—4» на «ос. ч. 16—4».

Пункт 1.2. Таблица 1. Показатели 18, 25 исключить.

Пункт 3.2 изложить в новой редакции:

«3.2. Массовые доли примесей, указанных в пп. 3—12, 14—17, 19—24, 26—30, 32—38 табл. 1, изготовитель определяет периодически один раз в месяц».

Пункт 4.1а дополнить абзацем (после первого):

«Для измерения времени применяют секундомер СОПпр 35—1—000».

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.16:

(Продолжение см. с. 30)

«4.16. Внутренний оперативный контроль точности результатов анализа по пп. 4.5—4.8, 4.11—4.14, 4.17, 4.18 проводят в соответствии с приложением А.

Определение коэффициентов и проверка стабильности градуировочного графика в пп. 4.11.2.1, 4.12.2.1, 4.14.2.1, 4.16.2.1, 4.17.2.1, 4.18.2.1 — в соответствии с приложением Б».

Пункт 4.4.1. Первый абзац после слов «Результат взвешивания» дополнить словами: «в граммах».

Пункты 4.4.1 (первый абзац), 4.5.1 (сорок пятый абзац), 4.8.1 (десятый абзац), 4.13.1 (третий абзац), 4.14.1 (четвертый абзац). Заменить ссылку: ГОСТ 19908—80 на ГОСТ 19908—90.

Пункт 4.5. Наименование дополнить словами: «методом атомно-эмиссионной спектроскопии».

Пункт 4.5.1. Тридцать седьмой абзац исключить;

сорок седьмой и сорок восьмой абзацы изложить в новой редакции:

«Пипетки 1(2)—1(2)—2—1 и 1(2)—1(2)—2—5 по ГОСТ 29227—91.

Цилиндр 1(3)—50(100)—2 по ГОСТ 1770—74».

Пункт 4.5.2.1. Первый абзац. Исключить слова: «0,0240 г оксида сурьмы (III)».

Пункт 4.5.3. «Аналитические линии, нм». Исключить слово и значения: «сурьма»; 259,81; 287,8.

Пункт 4.5.4. Последний абзац изложить в новой редакции:

«При разногласиях в оценке массовой доли цинка определение проводят люминесцентным методом (п. 4.7)».

Пункты 4.6, 4.6.1, 4.6.2, 4.6.3 изложить в новой редакции; дополнить пунктами — 4.6.2.1, 4.6.2.2 и таблицами — 2а, 2б:

«4.6. Определение массовых долей алюминия, висмута, железа, кадмия, кальция, кобальта, магния, марганца, меди, никеля, олова, свинца, серебра, хрома, цинка методом атомно-абсорбционной спектроскопии.

4.6.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр со спектральным диапазоном измерения оптической плотности от 190 до 900 нм, с шириной щели монохроматора от 0,1 до 3 мм, дифракционной решеткой 1800 штрихов/мм, с электротермическим атомизатором.

Лампа с полым катодом, соответственно, из алюминия, висмута, железа, кадмия, кальция, кобальта, магния, марганца, меди, никеля, олова, свинца, серебра, хрома, цинка.

Микродозатор с максимальным дозируемым объемом $(10 \pm 0,1)$ мм³ или микрошприц МШ-10М.

(Продолжение см. с. 31)

Шкаф сушильный электрический с температурой нагрева от 40 до 200 °С любого типа с погрешностью поддержания температуры ± 2 °С.

Колбы 2—1000—2, 2—500—2, 2—100—2, 2—50—2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки 1—1—2—1, 1—1—2—2, 1—2—2—5, 1—1—2—10, 1—2—2—25 по ГОСТ 29227—91.

Колбы Кн-1—100—29/32 и Кн-1—250—24/29 ТС по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры 1—50—1, 1(3)—100—2, 2—250—2, 2—500—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Стаканчики СВ-34/12 и СН 45/13 по ГОСТ 25336—82.

Чаша-100 по ГОСТ 19908—90.

Банки полиэтиленовые с навинчивающейся крышкой вместимостью 1 дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, вторично перегнанная в кварцевой аппаратуре, или вода деминерализованная (далее — очищенная вода). Воду сохраняют в полиэтиленовой посуде.

Аргон по ГОСТ 10157—79, сорт высший.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч., растворы молярной концентрации $c(\text{HNO}_3) = 0,1$ моль/дм³ и 0,001 моль/дм³; растворы с массовой долей 2, 5 и 25 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., растворы молярной концентрации $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1$ моль/дм³ и 0,001 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., растворы молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 0,2$ моль/дм³ и 0,001 моль/дм³, растворы с массовой долей 0,5 и 25 %.

Растворы, содержащие 1 мг/см³ Al, Bi, Fe (III), Cd, Ca, Co, Mg, Mn (II), Cu, Ni, Sn (IV), Pb, Ag, Cr (III), Zn, готовят по ГОСТ 4212—76; соответствующим разбавлением получают растворы, содержащие 0,01 мг/дм³ Al, Fe (III), Ca, Mn (II), Cu, Pb, Cr (III), Zn; 0,1 мг/дм³ Ni; 0,02 мг/дм³ Bi, Sn (IV); 0,05 мг/дм³ Co; 0,003 мг/дм³ Ag; 0,005 мг/дм³ Cd, Mg. Растворитель для разбавления основного раствора по ГОСТ 4212—76, кроме растворов Cd, Ag и Pb, для которых в качестве растворителя используют раствор азотной кислоты с массовой долей 2 %.

Государственные стандартные образцы (ГСО) состава водных растворов катионов с массовой концентрацией 1,0 мг/см³:

алюминия и кадмия — ГСО РМ-ПК 4144—87;

висмута — ГСО 6065—91;

железа — ГСО РМ 6068—91;

кальция — ГСО РМ-25 4147—87;

кобальта и никеля — ГСО РМ-24 4146—87;

магния — ГСО РМ-25 4147—87;

марганца и свинца — ГСО РМ-23 4145—87;

(Продолжение см. с. 32)

меди — ГСОМ 6073—91;
 олова — ГСО 5231—91;
 серебра — ГСОМ-12 3396—90П;
 хрома — ГСОМ-26 4148—87;
 цинка — ГСОМ-23 4145—87 или ГСОМ 6084—91.

4.6.2. Подготовка к анализу

4.6.2.1. Подготовка прибора

В соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору, и табл. 2а устанавливают рабочий режим проведения измерений. Оптимальные условия атомизации в графитовой печи приведены в табл. 26.

Т а б л и ц а 2а

| Элемент | Длина аналитической линии, нм | Ширина щели, мм | Ток лампы, мА |
|----------|-------------------------------|-----------------|---------------|
| Алюминий | 309,3 | 0,5 | 4,0 |
| Висмут | 223,1 | 0,2 | 5,0 |
| Железо | 248,3 | 0,5 | 8,0 |
| Кадмий | 228,8 | 0,3 | 5,0 |
| Кальций | 422,7 | 0,3 | 7,0 |
| Кобальт | 240,7 | 0,2 | 6,0 |
| Магний | 285,2 | 0,5 | 4,0 |
| Марганец | 279,5 | 0,4 | 5,0 |
| Медь | 324,8 | 0,5 | 3,0 |
| Никель | 232,0 | 0,15 | 4,0 |
| Олово | 224,6 | 0,5 | 7,0 |
| Свинец | 217,0 | 0,3 | 7,0 |
| Серебро | 328,1 | 0,6 | 3,0 |
| Хром | 357,9 | 0,5 | 3,0 |
| Цинк | 213,9 | 0,3 | 7,0 |

Т а б л и ц а 26

| Элемент | Номер стадии | | | | | | | | | |
|----------|-----------------|----------|-----------------|----------|-----------------|----------|-----------------|----------|-----------------|----------|
| | 1 | | 2 | | 3 | | 4 | | 5 | |
| | Температура, °С | Время, с | Температура, °С | Время, с | Температура, °С | Время, с | Температура, °С | Время, с | Температура, °С | Время, с |
| Алюминий | 150 | 30 | 800 | 20 | 1200 | 30 | 2600 | 3 | 0 | 20 |
| Висмут | 150 | 30 | 200 | 20 | 400 | 30 | 1300 | 3 | 0 | 20 |
| Железо | 150 | 30 | 500 | 20 | 800 | 30 | 2300 | 4 | 0 | 30 |
| Кадмий | 150 | 30 | 300 | 20 | 500 | 30 | 1500 | 3 | 0 | 20 |

(Продолжение см. с. 33)

| Элемент | Номер стадии | | | | | | | | | |
|----------|------------------------------|------------------|------------------------------|------------------|---------------------------|------------------|---------------------------|---------------|---------------------------|---------------|
| | 1 | | 2 | | 3 | | 4 | | 5 | |
| | Тем- пера- тура, °C | Вре- мя, с | Тем- пера- тура, °C | Вре- мя, с | Темпе- рату- ра, °C | Вре- мя, с | Темпе- рату- ра, °C | Вре- мя, с | Темпе- рату- ра, °C | Вре- мя, с |
| Кальций | 150 | 30 | 700 | 20 | 1000 | 30 | 2300 | 4 | 0 | 30 |
| Кобальт | 150 | 30 | 200 | 20 | 400 | 30 | 1300 | 3 | 0 | 20 |
| Магний | 150 | 30 | 500 | 20 | 800 | 30 | 1900 | 4 | 0 | 30 |
| Марганец | 150 | 30 | 500 | 20 | 800 | 30 | 2200 | 4 | 0 | 20 |
| Медь | 150 | 30 | 500 | 20 | 800 | 30 | 2300 | 4 | 0 | 20 |
| Никель | 150 | 30 | 800 | 20 | 1200 | 30 | 2700 | 5 | 0 | 20 |
| Олово | 150 | 30 | 400 | 20 | 800 | 30 | 2300 | 4 | 0 | 20 |
| Свинец | 150 | 30 | 500 | 20 | 700 | 30 | 1400 | 4 | 0 | 20 |
| Серебро | 150 | 30 | 500 | 20 | 700 | 30 | 1800 | 4 | 0 | 20 |
| Хром | 150 | 30 | 500 | 20 | 800 | 30 | 2300 | 4 | 0 | 20 |
| Цинк | 150 | 30 | 300 | 20 | 600 | 30 | 1500 | 3 | 0 | 20 |

4.6.2.2. Подготовка анализируемой пробы

При определении хрома (III), кальция, магния, железа (III), меди подготовка проб не требуется. Присутствие аммиака не оказывает влияния на определение этих элементов.

а) Подготовка пробы для определения алюминия

22 см³ продукта пипеткой помещают в выпарительную чашу и упаривают на электроплитке досуха, затем в чашу вносят пипеткой 22 см³ раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,001 моль/дм³. Тщательно смывают стенки чаши и используют полученный раствор для проведения анализа.

б) Подготовка пробы для определения висмута

22 см³ продукта пипеткой помещают в выпарительную чашу и упаривают на электроплитке досуха, затем в чашу вносят пипеткой 10 см³ раствора азотной кислоты молярной концентрации 0,001 моль/дм³. Тщательно смывают стенки чаши и используют полученный раствор для проведения анализа.

в) Подготовка проб для определения кадмия, свинца и серебра

55 см³ продукта цилиндром помещают в выпарительную чашу и упаривают на электроплитке досуха, затем в чашу вносят пипеткой 10 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 2 %. Тщательно смывают стенки чаши и используют полученный раствор для проведения анализа.

г) Подготовка пробы для определения кобальта

275 см³ продукта цилиндром помещают в выпарительную чашу и упаривают на электроплитке досуха, затем в чашу вносят пипеткой 10 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 2 %.

(Продолжение см. с. 34)

ривают на электроплитке досуха, подливая продукт в чашу по мере упаривания. Затем в чашу вносят пипеткой 5 см³ раствора серной кислоты молярной концентрации 0,001 моль/дм³, тщательно смывают стенки чаши и используют полученный раствор для проведения анализа.

д) Подготовка пробы для определения марганца

22 см³ продукта пипеткой помещают в выпарительную чашу и упаривают на электроплитке досуха. Затем в чашу вносят пипеткой 20 см³ очищенной воды, тщательно смывают стенки чаши и используют полученный раствор для проведения анализа.

е) Подготовка пробы для определения никеля

550 см³ продукта цилиндром помещают в выпарительную чашу и упаривают на электроплитке досуха, подливая продукт в чашу по мере выпаривания. Затем в чашу вносят пипеткой 5 см³ раствора серной кислоты молярной концентрации 0,001 моль/дм³, тщательно смывают стенки чаши и используют полученный раствор для проведения анализа.

ж) Подготовка пробы для определения олова

55 см³ продукта цилиндром помещают в выпарительную чашу и упаривают на электроплитке досуха. Затем в чашку вносят пипеткой 10 см³ раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,2 моль/дм³. Тщательно смывают стенки чаши и используют полученный раствор для проведения анализа.

и) Подготовка пробы для определения цинка

22 см³ продукта пипеткой помещают в выпарительную чашу и упаривают на электроплитке досуха. Затем в чашу вносят пипеткой 20 см³ раствора серной кислоты молярной концентрации 0,001 моль/дм³. Тщательно смывают стенки чаши и используют полученный раствор для проведения анализа.

4.6.3. Проведение анализа

Микродозатором вводят в графитовую печь прибора по 10 мм³ очищенной воды или соответствующего растворителя до тех пор, пока значение оптической плотности не станет постоянным. Затем дважды дозируют раствор с известным содержанием определяемого элемента и дважды дозируют анализируемый продукт, подготовленный по п. 4.6.2.2. Массовую концентрацию определяемого элемента рассчитывают автоматически в мг/дм³.

4.6.4. Обработка результатов

Массовую долю определяемого элемента (X), в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{A \cdot V_1 \cdot 100}{V \cdot 0,91 \cdot 1000 \cdot 1000},$$

(Продолжение см. с. 35)

где A — массовая концентрация определяемого элемента по показаниям прибора, мг/дм³;

0,91 — плотность анализируемого продукта, г/см³;

V — объем продукта, взятый для анализа, см³;

V_1 — объем соответствующего растворителя, используемый для подготовки пробы, см³.

Если подготовка пробы не требуется, массовую долю определяемого элемента (X), в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{A \cdot 100}{0,91 \cdot 1000 \cdot 1000}.$$

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное $0,3 \cdot 10^{-6} \%$ — для алюминия и висмута; $0,17 \cdot 10^{-6} \%$ — для железа и магния; $1,8 \cdot 10^{-7} \%$ — для кадмия; $0,17 \cdot 10^{-5} \%$ — для кальция; $0,14 \cdot 10^{-7} \%$ — для кобальта; $0,8 \cdot 10^{-7} \%$ — для марганца; $0,4 \cdot 10^{-6} \%$ — для меди; $0,15 \cdot 10^{-7} \%$ — для никеля; $0,8 \cdot 10^{-7} \%$ — для олова; $0,35 \cdot 10^{-7} \%$ — для свинца; $0,9 \cdot 10^{-8} \%$ — для серебра; $0,9 \cdot 10^{-7} \%$ — для хрома; $0,2 \cdot 10^{-6} \%$ — для цинка.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа для алюминия, кадмия, хрома и цинка $\pm 18 \%$, для висмута $\pm 23 \%$, для железа $\pm 20 \%$, для кальция $\pm 26 \%$, для кобальта $\pm 11 \%$, для магния $\pm 26 \%$, для марганца и меди $\pm 40 \%$, для никеля $\pm 14 \%$, для олова $\pm 10 \%$, для свинца и серебра $\pm 16 \%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

При разногласиях в оценке массовой доли примесей (кроме цинка) определение проводят методом атомно-эмиссионной спектроскопии по п. 4.5».

Пункт 4.7.1. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции:

«Пипетки 1(2)—1(2)—2—1 и 1(2)—1(2)—2—5 по ГОСТ 29227—91.

Пробирка 6 по ГОСТ 19908—90»;

пятый абзац. Исключить слова: «из бюретки вместимостью 100 см³ (ГОСТ 20292—74)».

Пункт 4.8.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Фотометр пламенный любого типа, обеспечивающий измерения массовой концентрации калия, натрия, лития в интервале от 0,05 до 0,5 мг/дм³»;

второй абзац исключить;

восьмой, девятый абзацы изложить в новой редакции:

«Пипетки 1—2—2—2 и 1—2—2—10 по ГОСТ 29227—91.

Цилиндр 2(4)—100—2 по ГОСТ 1770—74»;

(Продолжение см. с. 36)

дополнить абзацем (после двенадцатого):

«Государственные стандартные образцы (ГСО) состава водных растворов катионов с массовой концентрацией $1,0 \text{ мг/см}^3$:

калия и натрия — ГСОМ-30 4483—89;

лития — ГСО 5224—90».

Пункты 4.8.1 (двенадцатый абзац), 4.8.2 (первый абзац). Заменить единицу физической величины: мл на см^3 .

Пункты 4.10, 4.10.1, 4.10.2, 4.10.2.1, 4.10.3 исключить.

Пункт 4.11.1. Первый, третий, пятый, шестой абзацы изложить в новой редакции:

«Фотоколориметр или спектрофотометр любого типа, обеспечивающие измерения оптической плотности при длине волны $400\text{—}480 \text{ нм}$ »;

«Пипетки 1—2—2—1, 1—2—2—5, 1—2—2—25 по ГОСТ 29227—91»;

«Цилиндр 2(4)—100—2 по ГОСТ 1770—74»;

«Чаша-50 или чаша-100 по ГОСТ 19908—90»;

дополнить абзацами (после шестого):

«Колба 1—100—2 по ГОСТ 1770—74.

Термометр с диапазоном измерения от 0 до 100°C и ценой деления шкалы 1°C по ГОСТ 28498—90.

Государственный стандартный образец (ГСО) состава водного раствора сульфат-иона с массовой концентрацией $1,0 \text{ мг/см}^3$ — ГСОРН-3 4487—89».

Пункт 4.11.2.1. Первый абзац. Заменить значение: 20 см^3 на 25 см^3 .

Пункт 4.12.1. Первый, пятый, шестой абзацы изложить в новой редакции:

«Фотоколориметр или спектрофотометр любого типа, обеспечивающие измерение оптической плотности при длине волны $400\text{—}480 \text{ нм}$.

Пипетки 1—2—2—1, 1—2—2—2 по ГОСТ 29227—91.

Цилиндр 1(3)—50—2 по ГОСТ 1770—74»;

третий абзац исключить;

десятый абзац. Заменить обозначение Cl' на Cl (2 раза);

дополнить абзацем:

«Государственный стандартный образец (ГСО) состава водного раствора хлорид-иона с массовой концентрацией $1,0 \text{ мг/см}^3$ — ГСОРН-2 4486—89».

Пункт 4.13.1. Первый абзац изложить в новой редакции:

«Пипетки 1—2—2—1 или 1—2—2—2, 1—2—2—5 или 1—2—2—10 по ГОСТ 29227—91»;

шестой абзац после слова «виннокислый» дополнить словами: «0,5-водный»;

седьмой абзац после слова «аскорбиновая» дополнить словом: «фармакопейная»;

(Продолжение см. с. 37)

дополнить абзацем:

«Государственный стандартный образец (ГСО) состава водного раствора общего фосфора с массовой концентрацией $0,10 \text{ мг/см}^3$ — ГСО 9А 7242—96».

Пункт 4.14.1. Первый, третий абзацы изложить в новой редакции:

«Спектрофотометр любого типа, обеспечивающий измерения оптической плотности при длине волны $800\text{—}880 \text{ нм}$.

Пипетки 1—2—2—1, 1—2—2—2, 1—2—2—25 по ГОСТ 29227—91»;

восьмой абзац после слова «аскорбиновая» дополнить словом: «фармакопейная»;

десятый абзац. Заменить значения: «6,20 и 38 %» на «6,2 и 38 %»;

дополнить абзацем:

«Государственный стандартный образец (ГСО) состава водного раствора кремния с массовой концентрацией $1,0 \text{ мг/см}^3$ — ГСО РМ 2298 — 89П».

Пункт 4.14.2.1. Второй абзац. Заменить значение: 5 % на 6,2 %.

Пункт 4.14.3. Первый абзац. Заменить значение: 6 % на 6,2 %.

Пункт 4.16.1. Первый, четвертый абзацы изложить в новой редакции:

«Спектрофотометр любого типа, обеспечивающий измерения оптической плотности при длине волны $200\text{—}300 \text{ нм}$.

Пипетки 1—2—2—1 или 1—2—2—2 по ГОСТ 29227—91».

Пункт 4.16.2.1. Первый абзац. Заменить слова: «с концентрацией» на «с массовой долей».

Пункт 4.17.1. Первый, четвертый, девятый абзацы изложить в новой редакции:

«Спектрофотометр любого типа, обеспечивающий измерения оптической плотности при длине волны $490\text{—}590 \text{ нм}$ »;

«Пипетки 1—2—2—1, 1—2—2—2 или 1—2—2—25 по ГОСТ 29227—91»;

«Дитизон (1,5-дифенилтиокарбазон), раствор молярной концентрации $c(\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{S}) = 0,001 \text{ моль/дм}^3$ в хлороформе, готовят по точной навеске, хранят в темном месте; соответствующим разбавлением готовят раствор молярной концентрации $c(\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{S}) = 0,0001 \text{ моль/дм}^3$ перед использованием»;

двенадцатый абзац. Заменить обозначение: Hg^{2+} на Hg (II) (2 раза);

дополнить абзацем:

«Государственный стандартный образец (ГСО) состава водного раствора иона ртути с массовой концентрацией $1,0 \text{ мг/см}^3$ — ГСО РМ-11 3395—90П».

Пункт 4.17.3. Первый абзац. Заменить значение: (2—3 мин) на «и кипятят в течение 2—3 мин»;

второй абзац. Заменить значение: 4 см^3 на 6 см^3 ; после слова «дитизона» изложить в новой редакции: «молярной концентрации $c(\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{S}) = 0,0001 \text{ моль/дм}^3$ и встряхивают в течение 3 мин».

(Продолжение см. с. 38)

Пункт 4.18.1. Третий абзац изложить в новой редакции:

«Пипетки 1—2—2—1, 1—2—2—2 и 1—2—2—25 по ГОСТ 29227—91».

Пункт 4.18.3. Третий абзац. Заменить слова: «не более» на «не менее».

Пункт 5.1. Последний абзац. Исключить слово: «серийный».

Пункты 5.2, 5.3 изложить в новой редакции:

«5.2. Транспортирование — по ГОСТ 3885—73.

5.3. Хранение — по ГОСТ 3885—73 при температуре не ниже минус 50 °С».

Стандарт дополнить приложениями — А, Б:

«ПРИЛОЖЕНИЕ А
Обязательное

ПРОВЕДЕНИЕ ВНУТРЕННЕГО ОПЕРАТИВНОГО КОНТРОЛЯ (ВОК) ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Алгоритм проведения внутреннего оперативного контроля (ВОК) точности:

выбирают пробу аммиака водного особой чистоты из числа проанализированных ранее;

вводят добавку стандартного образца (добавка должна составлять 50—150 % от массы компонента в пробе);

проводят подготовку к анализу пробы и пробы с добавкой;

анализируют пробу и пробу с добавкой;

результат контрольной процедуры K_K , в процентах, вычисляют по формуле

$$K_K = \frac{\bar{X}' - \bar{X} - C}{C} \cdot 100,$$

где \bar{X}' — масса определяемого компонента в пробе с добавкой, мг;

\bar{X} — масса определяемого компонента в пробе без добавки, мг;

C — масса определяемого компонента в добавке, мг.

Норматив ВОК точности K_D при доверительной вероятности $P = 0,95$ вычисляют по формуле

$$K_D = \sqrt{2} \cdot \delta,$$

где δ — относительная суммарная погрешность результата анализа, %.

Точность контрольных измерений, а также точность результатов текущих анализов, выполненных за период, в течение которого условия проведения анализа признают стабильными и соответствующими условиям проведения контрольных измерений, считают удовлетворительными, если

(Продолжение см. с. 39)

$$|K_K| \leq K_D.$$

Внутренний оперативный контроль точности результатов анализа проводят при проверке качества каждой двадцатой партии продукта, но не реже одного раза в квартал.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
Обязательное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТОВ И ПРОВЕРКА
СТАБИЛЬНОСТИ ГРАДУИРОВОЧНОГО ГРАФИКА

Зависимость оптической плотности D от массы (или массовой доли) X определяемого компонента представляет собой уравнение прямой

$$D = K \cdot X + a, \quad (1)$$

где K — наклон прямой (характеризует чувствительность методики), 1/мг (1/%)

a — отрезок ординаты D при $X = 0$ (характеризует неисключенное влияние контрольного раствора).

Значения коэффициентов градуировочного графика K и a определяют методом наименьших квадратов по формулам (2) и (3)

$$K = \frac{n \cdot \left(\sum_{i=1}^n X_i \cdot D_i \right) - \left(\sum_{i=1}^n D_i \right) \cdot \left(\sum_{i=1}^n X_i \right)}{n \cdot \sum_{i=1}^n X_i^2 - \left(\sum_{i=1}^n X_i \right)^2}; \quad (2)$$

$$a = \frac{\sum_{i=1}^n D_i - K \sum_{i=1}^n X_i}{n}, \quad (3)$$

где n — число растворов сравнения, взятых для построения градуировочного графика;

D_i — оптическая плотность раствора сравнения;

X_i — масса определяемого компонента в растворах сравнения, мг (для пиридина — массовая доля, %).

Проверку стабильности градуировочного графика проводят не менее, чем по трем точкам (растворам сравнения с используемыми при анализе реактивами), равномерно распределенными по диапазону измерения. Гра-

(Продолжение см. с. 40)

фик считают стабильным, если относительное отклонение полученных результатов определения массы (для пиридина — массовой доли) определяемого компонента, найденных по градуировочному графику, от действительного содержания этого компонента в растворе сравнения не превышает $\pm 10\%$. При превышении этого значения проводят повторный анализ, приготовив новые растворы сравнения. При повторном превышении указанного норматива ($\pm 10\%$) необходимо вновь построить градуировочный график.

Стабильность градуировочного графика проверяют не реже одного раза в квартал и обязательно при использовании реактивов новых партий».

Раздел «Информационные данные».

Пункт 3. Таблица. Заменить ссылки: ГОСТ 19908—80 на ГОСТ 19908—90, ГОСТ 20292—74 на ГОСТ 29227—91;

дополнить ссылками: ГОСТ 23463—79, «п. 4.5.1»; ГОСТ 29251—91, «п. 4.7.1»;

исключить ссылки: ГОСТ 1027—67, «п. 4.10.1»; ГОСТ 2062—77, «п. 4.6.1»; ГОСТ 4232—74, «п. 4.6.1»; ГОСТ 5955—75, «п. 4.6.1»; ГОСТ 9293—74, «п. 4.6.1»;

исключить ссылки: для ГОСТ 20015—88 — «п. 4.6.1»; для ГОСТ 4166—76, ГОСТ 1770—74, ГОСТ 4517—87, ГОСТ 14261—77, ГОСТ 14262—78, ГОСТ 18300—87, ГОСТ 19908—90, ГОСТ 29227—91 — «п. 4.10.1».

(ИУС № 12 2002 г.)