

**AZƏRBAYCAN
RESPUBLİKASININ
DÖVLƏT
STANDARTI**

AZS ГОСТ P 52599:2021

İlkini nəşr
2021

Qiymətli metallar və onların ərıntiləri.

Analiz metodlarına dair ümumi tələblər.

Precious metals and their alloys.

General requirements for methods of analysis.

LAYIHƏ



Bu standart Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun icazəsi olmadan tam və ya hissə-hissə yenidən çap oluna, çoxaldıla və yayıla bilməz

Elçin İsaqzadə küç., 7-ci köndələn

Qaynar xətt: +994125149308

Email: office@azstand.gov.az

MÜQƏDDİMƏ

1. Bu standart Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutu tərəfindən işlənib hazırlanıb və “Qiymətli metallar və qiymətli daşlar” standartlaşdırma üzrə Texniki Komitə (AZSTAND/TK 36) tərəfindən təqdim edilib.

2. Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun “ ” _____ 2021-ci il tarixli _____ sayılı əmri ilə təsdiq edilib.

3. Bu standart Rusiya Federasiyasının Standartı ГОСТ P 52599-2006 ilə eynidir (İDT).

This standart is identical (İDT) to the Standard of the Russian Federation ГОСТ P 52599-2006.

4. İlk dəfə tətbiq edilir.

5. Dövlət standartında müəyyən edilən tələblərin beynəlxalq standartlara, norma, qayda və tövsiyələrə və digər dövlətlərin müvafiq mütərəqqi milli standartlarına, elm, texnika və texnologiyanın müasir nailiyyətlərinə əsaslanmasını müəyyən etmək üçün standartın ilkin yoxlama müddəti 2022-ci il, dövri yoxlama müddəti ildə 1 dəfədir.

MÜNDƏRİCAT

1 Tətbiq sahəsi.....	1
2 Normativ istinadlar.....	1
3 Ümumi müddəalar.....	4
4 Nümunənin götürülməsinə və hazırlanmasına dair tələblər.....	5
5 Analiz metodikalarının dəqiqlik göstəricilərinə dair tələblər.....	5
6 Ölçmə vasitələrinə, materiallara və reaktivlərə dair tələblər.....	6
7 Analizin aparılmasına dair tələblər.....	6
8 Təhlil nəticələrinin işlənilib hazırlanması və təqdim edilməsi üzrə tələblər.....	7
9 Analiz nəticələrinin dəqiqliyinə nəzarət.....	11
10 Təhlükəsizlik tələbləri.....	13
Biblioqrafiya.....	16

Qiymətli metallar və onların ərintiləri.

Analiz metodlarına dair ümumi tələblər.

AZS ГОСТ P 52599:2021

Precious metals and their alloys.

General requirements for methods of analysis.

Qüvvəyə minmə tarixi ____ _____ 2021-ci il

1 TƏTBİQ SAHƏSİ

Bu standart saflaşdırılanlar daxil olmaqla, qiymətli metalların (qızıl, gümüş, platin, palladium, rodium, iridium, rutenium və osmium) və qiymətli metallar əsaslı ərintilərin analiz metodikalarına dair ümumi tələbləri, həmçinin təhlükəsizlik tələblərini müəyyən edir.

Standart qiymətli metalların və onların ərintilərinin keyfiyyətinin yoxlanmasında istifadə olunan yenidən hazırlanmış və **nəzərdən keçirilmiş** işlənmiş kəmiyyət kimyəvi analiz metodikalarına (bundan sonra – analiz metodikaları) aiddir.

2 NORMATİV İSTİNADLAR

Bu standartda aşağıdakı standartlara istinad edilmişdir:

ГОСТ P 8.563-96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений (Ölçmələrin vəhdətini təmin edən dövlət sistemi. Ölçmələrin aparılması metodikaları)

ГОСТ P ИСО 5725-1-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения (Ölçmə metodlarının və nəticələrinin dəqiqliyi (düzgünlük və dəqiqlik). Hissə 1. Əsas müddəalar və təriflər)

ГОСТ P ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений (Ölçmə metodlarının və nəticələrinin dəqiqliyi (düzgünlük və dəqiqlik). Hissə 2. Standart ölçmə metodunun təkrarlanmasının və **yenidən təkrarlanmasının** əsas təyin etmə üsulu)

ГОСТ Р ИСО 5725-3-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений (Ölçmə metodlarının və nəticələrinin dəqiqliyi (düzgünlük və dəqiqlik). Hissə 3. Standart ölçmə metodunun dəqiqliyinin aralıq göstəriciləri)

ГОСТ Р ИСО 5725-4-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений (Ölçmə metodlarının və nəticələrinin dəqiqliyi (düzgünlük və dəqiqlik). Hissə 4. Standart ölçmə metodunun düzgünlüyünün müəyyən etməyin əsas metodları)

ГОСТ Р ИСО 5725-5-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений (Ölçmə metodlarının və nəticələrinin dəqiqliyi (düzgünlük və dəqiqlik). Hissə 5. Standart ölçmə metodunun dəqiqliyini müəyyən etməyin alternativ metodları)

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике (Ölçmə metodlarının və nəticələrinin dəqiqliyi (düzgünlük və dəqiqlik). Hissə 6. Təcrübədə dəqiqlik qiymətlərindən istifadə)

ГОСТ 8.315-97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения (Ölçmələrin vəhdətini təmin edən dövlət sistemi. Maddələrin və materialların tərkibi və xassələrinin standart nümunələri. Əsas müddəalar)

ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения (Əməyin mühafizəsi standartları sistemi. Əməyin mühafizəsi üzrə təlimlərin təşkili. Ümumi müddəalar)

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования (Əməyin mühafizəsi standartları sistemi. Yanğın təhlükəsizliyi. Ümumi tələblər)

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны (Əməyin mühafizəsi standartları sistemi. İşçi zonanın havasına dair ümumi sanitar-gigiyenik tələblər)

ГОСТ 12.1.019-79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты (Əməyin mühafizəsi standartları sistemi. Elektrik təhlükəsizliyi. Ümumi tələblər və mühafizə növlərinin nomenklaturası)

ГОСТ 12.4.011-89 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация (Əməyin mühafizəsi standartları sistemi. İşçilərin qoruyucu vasitələr. Ümumi tələblər və təsnifat)

ГОСТ 12.4.021-75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования (Əməyin mühafizəsi standartları sistemi. Havalandırma sistemləri. Ümumi tələblər)

ГОСТ 12.4.068-79 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты дерматологические. Классификация и общие требования (Əməyin mühafizəsi standartları sistemi. Dermatoloji fərdi mühafizə vasitələri. Təsnifat və ümumi tələblər)

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия (Laboratoriya şüşə qablar. Silindrlər, menzurkalar, kolbalar, sınaq şüşələri.)

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия (Distillə olunmuş su. Texniki şərtlər)

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования (Laboratoriya tərəziləri. Ümumi texniki tələblər)

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры (Laboratoriya şüşə qablar və qurğular. Tiplər, əsas parametrlər və ölçülər)

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования (Laboratoriya şüşə qablar. Dərəcələrə ayrılmış pipetlər. Hissə 1. Ümumi tələblər)

ГОСТ 29228-91 (ИСО 835-2-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания (Laboratoriya şüşə qablar. Hissə 2. Gözləmə müddətli qurulmamış dərəcələrə ayrılmış pipetlər)

ГОСТ 29229-91 (ИСО 835-3-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 3. Пипетки градуированные с временем ожидания (Laboratoriya şüşə qablar. Dərəcələrə ayrılmış pipetlər. Hissə 3. Gözləmə müddətli dərəcələrə ayrılmış pipetlər)

ГОСТ 29251-91 (ИСО 385-1-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования (Laboratoriya şüşə qablar. Büretlər. Hissə 1. Ümumi tələblər)

СТ СЭВ 543-77 Числа. Правила записи и округления (Saylar. Qeyd və yuvarlaqlaşdırma qaydaları)

Qeyd – Əgər istinad sənədi əvəz olunubsa (dəyişdirilibsə), bu halda bu standartdan istifadə etdikdə əvəz edilmiş (dəyişdirilmiş) standartdan istifadə dilməlidir. Əgər istinad sənədi dəyişiklik olmadan ləğv edilibsə, ona istinad olunan müddəə o istinadla toxunmayan hissəyə tətbiq edilir.

3 ÜMUMİ MÜDDƏALAR

Qiymətli metalların və onların əsasında olan ərintilərin keyfiyyətinə nəzarət zamanı istifadə olunan kəmiyyət kimyəvi analiz metodları (KKAM) ГОСТ Р 8.563, ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р ИСО 5725-6 və bu standartın tələblərinə uyğun olmalıdır.

4 NÜMUNƏNİN GÖTÜRÜLMƏSİNƏ VƏ HAZIRLANMASINA

DAİR TƏLƏBLƏR

4.1 Analizin aparılması üçün nümunənin götürülməsi bu prosedurun təsvir olunduğu qiymətli metallardan və ərintilərdən hazırlanan məhsullar üçün normativ sənədə (NS) uyğun olaraq aparılmalıdır.

4.2 Nümunələr **külçə, prokat (plastinlər, lentlər), qəliblər, simlər, yonqarlar, qranullar, süngərlər** və toz şəklində analiz üçün göndərilə bilər. Analiz metodikasında nümunələrin analiz üçün hansı formada təqdim edildiyini göstərməli və analiz üçün hazırlamaq üsullarını təsvir edilməlidir.

4.3 Dərəcələnmədən və analiz etməzdən əvvəl standart nümunələr (CO) və laboratoriya nümunələri (təmiz metallar) səthi çirklənmədən təmizlənir. Nümunələrin təmizlənməsi üsulu analiz metodikasında göstərilməlidir.

Bütün laboratoriya nümunəsinin deyil, laboratoriya nümunəsindən götürülmüş **hissələrin (набески)** təmizləməsinə icazə verilir. Toz və süngər materiallar şəklində olan qiymətli metal nümunələri kimyəvi təmizlənməyə məruz qalmır.

4.4 Təmizlənmiş gümüş və gümüş ərintilərinin nümunələrini həll edərkən istifadə olunan reaktivlər və ətraf mühitdə xlor ionları olmamalıdır.

5 ANALİZ METODİKALARININ DƏQİQLİK GÖSTƏRİCİLƏRİNƏ

DAİR TƏLƏBLƏR

5.1 Analiz metodikasında ГОСТ Р 8.563 və ГОСТ Р ИСО 5725-6 uyğun olaraq laboratoriyada metodikanın tətbiqi zamanı metodikanın dəqiqlik göstəriciləri göstərilməli və analiz nəticələrinin dəqiqliyinə nəzarət prosedurları nəzərdə tutulmalıdır.

5.2 Analiz metodikası üçün olan normativ sənəddə ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р ИСО 5725-6 и [1], [2].-ə uyğun olaraq metodikanın dəqiqliyi göstəricisi (qeyd edilmiş xəta xüsusiyyətləri) və **dəqiqlik göstəriciləri (показателей прецизионности)** (təkrarlanma, yenidən istehsal və aralıq **dəqiqlik**) verilir.

Əgər bu məhsul üçün olan normativ sənədlərdə göstərilərsə, təyin edilmiş xəta xarakteristikalarının qiymətləri xəta normalarından çox olmamalıdır.

6 ÖLÇMƏ VASİTƏLƏRİNƏ, MATERİALLARA VƏ REAKTİVLƏRƏ DAİR TƏLƏBLƏR

6.1 Analizin aparılması zamanı ГOCT 24104 üzrə laboratoriya tərəzisdən istifadə edilir. Analiz metodikasında çəkinin dəqiqlik sinifi və yolveriləbilən çəki xətasının həddi göstərilməlidir.

6.2 Analizin aparılması üçün k.t.(kimyəvi təmiz), t.ü.t.(analiz üçün təmiz) и x.t. (xüsusi təmiz) **kvalifikasiyalı** reaktivlərdən istifadə edilir.

Əgər analiz metodikasında digəri nəzərdə tutulmayıbsa, məhlulların hazırlanması üçün ГOCT 6709 üzrə distillə olunmuş sudan istifadə edilir.

6.3 “1:1, 1:2 nisbətlərində durulaşdırılmış” və s. ifadəsində birinci rəqəm reaktivin (turşular və s.) həcmli hissəsini, ikinci rəqəm – suyun həcmli hissəsini bildirir.

6.4 “İsti” su (məhlul) termini suyun (məhlulun) 70 °C-dən yuxarı temperatura malik olduğunu bildirir.

6.5 Laboratoriya ölçü qabları ən azı 2-ci sinif dəqiqliyə malik olmalı və ГOCT 1770, ГOCT 25336, ГOCT 29227, ГOCT 29228, ГOCT 29229 və ГOCT 29251-ə uyğun olmalıdır.

6.6 Əgər analiz metodikasında digər hallar nəzərdə tutulmayıbsa, tərkibində müəyyən komponentlər olan əsas məhlulların (dərəcələmə üçün məhlullar, attestasiyadan keçmiş qarışıqlar, titrant məhlulları və s.) hazırlanması üçün əsas maddənin ən az 99,9% -ni təşkil edən metallardan və birləşmələrdən istifadə etmək lazımdır.

6.7 Məlum konsentrasiyalı əsas məhlullar və dərəcələmə nümunələri (attestasiya olunmuş qarışıqlar) otaq temperaturunda sıx bağlanmış polietilen bankalarda və ya üzərində adı və ya şərti işarəsi, attestasiya olunmuş işarəsi, mütləq xəta həddi, hazırlanma tarixi və yararlılıq müddəti göstərilən etiketli kolbalarda saxlanmalıdır.

Məhlulun saxlanma müddəti konkret analiz metodikasında göstərilməlidir.

6.8 Analiz edilən **nümunə** (metal və ya ərinti) üçün pasport və ya spesifikasiya olmadıqda, əsas komponentlərin eyniləşdirilməsi üçün **nümunənin** ilkin keyfiyyət analizini aparmaq lazımdır.

7 ANALİZİN APARILMASINA DAİR TƏLƏBLƏR

7.1 Dərəcələmə xüsusiyyətləri standart tərkib nümunələrdən, dərəcələmə nümunələrindən və ya [3] uyğun olaraq hazırlanmış attestasiya olunmuş qarışıqlardan istifadə etməklə əldə edilir. Analiz metodikasında attestasiya olunmuş qarışıqların (məhlulların) hazırlanması proseduru göstərilməlidir.

7.2 Eyni vaxtda həmin şəraitdə nümunələrin analizinin aparılması ilə reaktivlərin təmizliyində analiz nəticələrinə düzəliş etmək üçün nəzarət (“boş”) təcrübəsi aparılır. Nəzarət təcrübəsi zamanı paralel müəyyən etmələrin sayı analiz metodikasında göstərilməlidir.

7.3 Analizin aparılması üçün konkret KKAM –də göstərilən ölçmə vasitələrindən istifadə edilir. Ölçmə vasitələri müəyyən edilmiş qaydada yoxlanılmalı və ya kalibrlənməlidir.

Konkret KKAM -da göstərilənlərdən geridə qalmayan metodikanın dəqiqlik göstəricilərini əldə etmək şərti ilə digər ölçmə vasitələrindən, köməkçi cihazlardan, materiallardan və reaktivlərdən istifadə etməyə icazə verilir.

8 TƏHLİL NƏTİCƏLƏRİNİN İŞLƏNİB HAZIRLANMASI VƏ TƏQDİM EDİLMƏSİ ÜZRƏ TƏLƏBLƏR

8.1 Metal və ərintilərdə elementlərin- qarışıqların və əsas komponentin tərkibi ən azı iki paralel təyinlə müəyyən edilir. Analiz metodikasında paralel təyinlərin sayı göstərilməlidir.

8.2 Təkrarlanma şəraitində əldə edilən paralel təyinetmənin nəticələrinin məqbul edilə bilməsinin yoxlanılması işçi nümunələrin analizinin hər bir nəticəsinin əldə edilməsi zamanı həyata keçirilir. Nəticələrin məqbul edilə bilməsinin yoxlanılması proseduru ГOCT P ИCO 5725-2 –yə uyğun olaraq aparılır.

8.2.1 Nəticələrin məqbulluğunun yoxlanılması proseduru ən böyüyü $X_{max,n}$ ilə ən kiçiyi $X_{min,n}$ arasında mütləq fərqin, analiz metodikasına uyğun olaraq aparılan vahid analiz nəticələrinin r_k təkrarlanma həddi r_n ilə müqayisəsini nəzərdə tutur.

Aşağıdakı şərtlər yerinə yetirilirsə

$$r_k = X_{\max, n} - X_{\min, n} \leq r_n, \quad (1)$$

analiz nəticəsi üçün $X_i (i = 1, \dots, n)$ tək analizin n nəticələrindən orta arifmetik qiymət qəbul edilir.

8.2.2 Analiz metodunda tənzimlənməsi olmadıqda təkrarlanma həddi aşağıdakı düsturla hesablanır

$$r_n = Q(P, n) \sigma_r, \quad (2)$$

haradakı $Q(P, n)$ - təkrarlıq və P **etibarlı** ehtimal şərtlərində əldə edilən tək analiz nəticələrinin sayından asılı olan əmsaldır. $P=0,95$ qəbul edilən ehtimal üçün Q əmsalının qiyməti Cədvəl 1-də göstərilmişdir;

σ_r - analiz metodikası üçün olan NS-ə uyğun olaraq müəyyən edilən tək analiz nəticələrinin orta qiymətinə \bar{X}_n (analiz metodikasının təkrarlıq göstəricisi) uyğun gələn təkrarlanmanın standart (orta kvadratik) meylətməsi.

Cədvəl 1 – $P=0,95$ etibarlılıq səviyyəsi üçün $Q(P, n)$ əmsal qiyməti

n və ya (n+m)	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$Q(P, n)$	2,77	3,31	3,63	3,86	4,03	4,17	4,29	4,39	4,47

Əgər şərt (1) yerinə yetirilmirsə, 8.2.3 –də təsvir olunan prosedur həyata keçirilir.

8.2.3 Analiz bahalı deyilsə, daha çox m paralel təyinetmələr əldə edilir ($m=n$) və analiz bahalı olduqda isə $m=1$ alınır.

Şərt yerinə yetirildikdə analizin nəticəsi üçün tək analiz nəticələrindən $(n+m)$ orta arifmetik qiymət təbiiq edilir.

$$r_k = X_{\max, n+m} - X_{\min, n+m} \leq CR_{0,95}(n+m), \quad (3)$$

$X_{\max, n+m}$ - tək analiz $n+m$ nəticələrindən maksimum nəticə;

$X_{\min, n+m}$ - tək analiz $n+m$ nəticələrindən minimum nəticə;

$CR_{0,95}(n+m)$ - tək analiz $n+m$ nəticələrinin sayı üçün kritik diapazon qiyməti.

Kritik diapazon qiyməti $CR_{0,95}(n+m)$ aşağıdakı düsturla hesablanır

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

haradakı $Q(P, n+m)$ – təkrarlılıq və P **etibarlı** ehtimalı şərtlərində əldə edilən tək analiz nəticələrinin $n+m$ sayından asılı olan əmsaldır.

Qəbul edilmiş $P = 0.95$ ehtimalı üçün $Q(P, n+m)$ əmsalının qiymətləri Cədvəl 1-də göstərilmişdir;

σ_r - paralel təyinatmələrin nəticələrinin orta qiymətinə \bar{X}_{n+m} uyğun gələn təkrarlılığın standart meyletməsi

8.3 Əgər (3) şərti yerinə yetirilmirsə, analizin qeyri-qənaətbəxş nəticələrinə gətirib çıxaran səbəbləri aydınlaşdırmaq və onların aradan qaldırması üzrə tədbirlər görmək lazımdır və ya analizin yekun nəticəsi üçün tək analizin nəticələrinin medianı $\bar{X}_{med(n+m)}(n+m)$ qəbul edilə bilər.

8.4 Aralıq dəqiqlik şəraitində əldə edilmiş iki nəticə əsasında yekun təhlil nəticəsini əldə etmək zərurəti yarandıqda, $R_{I(TO)} = 2,77\sigma_{I(TO)}$ aralıq dəqiqlik həddi ilə eyni laboratoriyada eyni analiz metodikası üzrə (bir və ya bir neçə amilin variasiyası zamanı: vaxt, analitik, cihazlar və s.) alınmış eyni nümunənin iki analiz nəticəsi (\bar{X}_1 və \bar{X}_2 analiz metoduna uyğun olaraq n paralel təyinatmələrdən arifmetik orta qiymətlərdir) arasındakı mütləq uyğunsuzluğu müqayisəsini nəzərdə tutan analiz nəticələrinin məqbulluğunun yoxlanması proseduru tətbiq edilir. Burada $\sigma_{I(TO)}$ aralıq dəqiqlik şəraitində əldə edilən analiz nəticələrinin standart kənarlaşmasıdır.

\bar{X}_1 və \bar{X}_2 analizinin nəticələri, aralarındakı mütləq fərq aralıq dəqiqlik həddini $R_{I(TO)}$ keçmədikdə məqbul hesab edilir.

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \leq R_{I(TO)}. \quad (5)$$

Analizin son nəticəsi kimi onların ümumi orta qiyməti qəbul edilir. **Aralıq dəqiqlik** həddi keçildiyi zaman analizin qeyri-qənaətbəxş nəticələrinə gətirən səbəblər müəyyən edilir və aradan qaldırılır.

8.5 Təkrarlana bilən şəraitdə əldə edilən nəticələrin məqbulluğunun yoxlanması eyni analiz metodikası üzrə iki laboratoriyada alınan və $R = 2,77\sigma_R$ təkrar istehsal həddi ilə KKAM-a uyğun olaraq n paralel təyin etmələrdən olan orta arifmetik qiymətləri əks

etdirən \bar{X}_1 və \bar{X}_2 analiz nəticələrinin mütləq uyğunsuzluğunun müqayisəsini nəzərdə tutur. Burada σ_R -analiz nəticələrinin təkrarlanabilirliyinin standart kənarlaşmasıdır, yeni şərt yerinə yetirilməlidir.

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \leq R \quad (6)$$

Əgər iki laboratoriyada alınan analiz nəticələri arasındakı fərqin mütləq qiyməti R təkrar istehsal həddindən çox deyilsə, onda analiz nəticələri uyğun hesab olunur və yekun analizin nəticəsi kimi onların ümumi orta qiyməti qəbul edilir.

8.6 Hər iki laboratoriyada bu şərtin yerinə yetirilməməsi halında təkrar analiz aparılır və kritik fərqlə $R' = 0,71R$ hər laboratoriyanın orta nəticələrinin (birinci və təkrar) mütləq uyğunsuzluğu müqayisə edilir. Əgər hər laboratoriyanın orta nəticələrinin mütləq uyğunsuzluğu R' kritik fərqindən çox deyilsə, analizin son nəticəsi üçün hər laboratoriyanın orta nəticələrindən orta hesabi qiymət qəbul edilir. Bu şərtin yerinə yetirilməməsi zamanı analizin qeyri-qənaətbəxş nəticələrinə gətirən səbəblər müəyyən edilir və onların aradan qaldırılması üzrə tədbirlər görürlər.

8.7 Saflaşdırılmış metalları analiz zamanı əsas komponentin tərkibi 100% fərqlə və müəyyən ediləcək qarışıqların kütlə paylarının cəmi (faizlə) ilə müəyyən edilir. Nəzarət olunan elementlərin – qarışıqların siyahısı məhsula dair normativ sənəddə müəyyən edilir. Analiz nəticələrinin yuvarlaqlaşdırılması zamanı CT CƏB 543-dən istifadə etmək lazımdır.

8.8 Əgər nümunədə qarışıq elementinin tərkibi konkret KKAM-da verilmiş elementin təyininin aşağı həddindən azdırsa, onda təyinetmənin aşağı həddinin qiyməti bu elementin tərkibi kimi qəbul edilir və hazır məhsulda (təmizlənmiş metallar) əsas komponentin tərkibinin hesablamasında istifadə olunur.

8.9 100% fərqlə əsas komponentin tərkibinin və qarışıqların cəminin hesablanması aşağıdakı ardıcılıqla aparılır:

- konkret KKAM üzrə analiz zamanı əldə edilən elementlərin kütlə paylarının cəmi metodikada göstərilən dəqiqliklə hesablanır, yəni analiz nəticəsinin ədədi qiyməti

(elementin kütlə payı) onluq mərtəbəyə qədər yuvarlaqlaşdırılır, hansı ki elementin kütləvi payının alınmış qiymətinə uyğun olan xəta xarakteristikası başa çatır.

- qarışıqların cəmi 100% -dən çıxılır, alınan qiymət aşağıdakı qiymətlər atılmaqla NS-də əsas komponentin tərkibinin normallaşdırıldığı onluq mərtəbəyə qədər yuvarlaqlaşdırılır:

$$M = (100 - \sum m) \%,$$

Misal üçün, $100\% - 0,016\% = 99,984\% = 99,98\%$,

$100\% - 0,012\% = 99,988\% = 99,98\%$,

$100\% - 0,003\% = 99,997\% = 99,99\%$.

Əhəmiyyətli rəqəmlərin sayı, müəyyən məhsul növü üçün normativ sənəddə verilən ilkin tələblərdən asılıdır.

8.10 Tərkibində qiymətli metallar olan çoxkomponentli ərintilərin analizi zamanı əsas komponentlərdən birinin tərkibinin 100% fərqlə və qalan komponentlərin və element - qarışıqların kütlə paylarının cəmi ilə hesablanmasına icazə verilir. Müəyyən edilmiş komponentlərin və qarışıqların siyahısı və analiz metodikalarının düzgünlüyünə dair tələblər məhsullar üçün olan ND-də və analiz metodlarında müəyyən edilir. Analiz nəticələrini yuvarlaqlaşdırıldıqda [CT CƏB 543](#)-dən istifadə etmək lazımdır.

9 ANALİZ NƏTİCƏLƏRİNİN DƏQİQLİYİNƏ NƏZARƏT

9.1 Analiz nəticələrinin dəqiqlik göstəricilərinə dair tələblər

9.1.1 Laboratoriyada analiz metodikasının tətbiq edərkən dəqiqlik göstəricisi (təkrarlanma, yenidən təkrarlanma və aralıq dəqiqlik daxil olmaqla) və düzgünlük göstəricisi - laboratoriyanın sisteməlik xətasının qiymətləndirilməsini müəyyən edir.

Analiz nəticələrinin dəqiqliyinə nəzarət [2] –yə uyğun olaraq və ГOCT P ИCO 5725-1 - ГOCT P ИCO 5725-6 nəzərə alınmaqla aparılır.

9.2 Analiz nəticələrinin daxili keyfiyyət nəzarəti NS-lərlə tənzimlənən və müəyyən edilmiş qaydada istifadəsinə icazə verilmiş müəyyən edilmiş dəqiqlik göstəricilərinə malik analiz metodikaları üçün aparılır.

9.3 Metodologiyayı laboratoriyada tətbiq edərkən, analiz prosedurunun operativ nəzarətini və analiz nəticələrinin sabitliyinə nəzarətini təmin edilir.

Analiz proseduruna operativ nəzarət alqritmi analiz metodikasına dair sənəddə göstərməlidir.

Analiz nəticələrinin sabitliyinə nəzarət prosedurları laboratoriya keyfiyyət üzrə rəhbərlikdə* tənzimlənir.

9.4 Nəzarət vasitələri kimi aşağıdakılardan istifadə edilə bilər:

- nəzarət nümunələrindən (NN), ГОСТ 8.315 üzrə standart nümunələrdən (SN) və ya [3] üzrə attestasiya olunmuş qarışıqlardan (AQ);
- müəyyən edilən komponentin məlum əlavəsi ilə işçi nümunələrdən;
- sabit tərkibli işçi nümunələrdən;
- müəyyən nisbətdə **seyrəkləşdirilmiş** işçi sınaqlardan;
- müəyyən edilmiş dəqiqlik göstəriciləri ilə digər analiz metodlarından (nəzarət metodikalarından).

9.5 Analiz prosedurunun operativ nəzarəti, nəzarət təyinatlarının nəticələri ilə birgə alınan nümunələr seriyasının analiz nəticələrinin dəqiqliyinin qiymətləndirilməsi məqsədi ilə birbaşa icraçı həyata keçirir.

9.6 Nəzarət üçün olan təyinatların nəticələrini əldə edilməsi zamanı təkrarlanabilmə nəzarəti analiz nəticəsini əldə etmək üçün analiz metodunun paralel təyinatları nəzərdə tutduğu hallarda həyata keçirilir və analiz metodologiyasına uyğun olaraq və [2] üzrə nəzarət prosedurlarından istifadə etməklə əldə edilmiş nəzarət təyinat nəticələrinin hər biri üçün həyata keçirilir.

9.7 Nəzarət üçün nümunələrdən (NN) istifadə etməklə analiz proseduruna nəzarət \bar{X} nəzarəti üçün nümunənin attestasiya olunmuş xarakteristikasının nəzarət təyinatının nəticəsinin [2]-yə uyğun olaraq attestasiya olunmuş C dəyəri ilə müqayisəsindən ibarətdir. Bu halda, tətbiq olunan NN analiz edilən nümunələrə adekvat olmalıdır (analiz edilən nümunələrin tərkibindəki mümkün fərqlər analiz nəticələrində statistik əhəmiyyətli xəta yaratmamalıdır).Attestasiyadan keçmiş NN-nin qiymətinin xətası analiz nəticələrinin xəta xüsusiyyətindən üçdə birindən çox olmamalıdır.

* İnformasiya məhsullarında sənəd olmur. Sənəd haqqında informasiya üçün Siz İstifadəçi dəstək xidmətinə müraciət edə bilərsiniz.- Məlumat bazasının istehsalçısının qeydi.

Nəzarət zamanı analiz nəticələrinin dəqiqlik göstəricisi müəyyən edilən zaman istifadə edilməmiş nəzarət nümunələri istifadə olunarsa, nəzarət standartı K aşağıdakı düstur ilə hesablanabilir.

$$K = \sqrt{\Delta_{at}^2 + \Delta_{\bar{X}}^2} \quad (7)$$

Haradakı Δ_{at}^2 - NN attestasiya olunmuş qiymətlərin xətası;

$\Delta_{\bar{X}}$ - attestasiya olunmuş NN-nin qiymətinə müvafiq analiz nəticələrinin dəqiqlik göstəricisinin qiyməti

9.8 Əlavə etmə metodundan, nəzarət analizi metodikasından və ya nümunə seyreltmə metodundan istifadə etməklə analiz prosedurunun operativ nəzarəti [2] -də verilən alqoritmlərə uyğun olaraq həyata keçirilir.

Digər əməliyyat nəzarət üsullarından, analiz prosedurlarından istifadə edilməyə icazə verilir.

9.9 Fərqli metodlardan istifadə edərək iki laboratoriyada əldə edilən analiz nəticələrini müqayisə etmək lazımdırsa, onda nəzarət proseduru kritik fərqlə metodologiyaya uyğun olaraq n paralel təyinetmələrdən əldə edilən orta arifmetik orta qiymətlər olan \bar{X}_1 və \bar{X}_2 analiz nəticələrinin mütləq uyğunsuzluğunu müqayisə etməkdən ibarətdir.

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \leq 1,96 \cdot \sqrt{\sigma^2(\Delta)_{MKXA1} + \sigma^2(\Delta)_{MKXA2}} \quad (8)$$

haradakı $\sigma(\Delta)_{MKXA1}$ və $\sigma(\Delta)_{MKXA2}$ - analiz metodikalarında göstərilən xətalərin orta kvadrat kənarlaşmalarıdır.

9.10 Nəzarət üsulunun seçimi analiz edilən obyektlərdən və göstəricilərdən, analiz metodlarından, aparılan analizin dəyərindən və müddətindən və s. asılıdır

10 TƏHLÜKƏSİZLİK TƏLƏBLƏRİ

10.1 Laboratoriyalarda reaktivlərin ГОСТ 12.4.021 tələblərinə uyğun olaraq korroziyaya davamlı örtüklü sorulma ventilyasiya ilə təchiz olunmuş şkafda saxlanılmasına icazə verilir.

10.2 Turşular, qələvilər və ammoniyak olan şüşələr daşınan zaman qabın zədələnmədən etibarlı şəkildə qorunması (**şəbəkələr, yonqarlı səbətlər**) təmin edilməlidir.

10.3 Zərərli və təhlükəli xüsusiyyətlərə ilkin xammaldan istifadə etdikdə müvafiq reaktivlər üçün normativ sənədlərdə göstərilən təhlükəsizlik tələblərinə riayət edilməlidir.

10.4 Analizlərin aparıldığı laboratoriya otaqları ГОСТ 12.4.021 -ə uyğun olaraq **təchizatlı- sorucu** havalandırma sistemi ilə təchiz olunmalıdır.

10.5 İş yerləri sanitar normalara və qüvvədə olan qaydalara [5] uyğun olaraq işıqlandırılmalıdır.

10.6 Elektrik cihazları elektrik qurğularının uraşdırılma qaydalarına uyğun olmalıdır, onların istismarı istehlakçıların elektrik qurğularının texniki istismarı qaydalarına və **Dövlət Enerji Nəzarəti İdarəsi (BİZDƏ HANSI QURUMDUR)** tərəfindən təsdiq edilmiş və ГОСТ 12.1.019 uyğun istehlakçıların elektrik qurğularının istismarı zamanı texniki təhlükəsizlik qaydalarına uyğun olaraq həyata keçirilməlidir.

10.7 Spektral analizlərin aparılması üçün olan qurğular generatorda kilidlərlə, spektr həyəcan mənbəyindən yerli egzoz havalandırması, ultrabənövşəyi radiasiyadan qorunmaq üçün generator ştativində şüşə ekran ilə təchiz olunmalı, generatorda və ştativdə qoruyucu olaraq torpaqlanmalıdır.

10.8 İnduktiv birləşməli plazma ilə atom-emissiya analiz üçün spektrometr etibarlı şəkildə torpaqlanmalıdır. Yüksək gərginlikli elektrik cərəyanının qarşısını almaq üçün cihazın qapaqlarının çıxartmasına yol verilmir.

10.9 Rentgen-spektral analiz zamanı sanitar-epidemiologiya qaydalarına və radiasiya təhlükəsizlik normalarına [6] uyğun olaraq radiasiya təhlükəsizliyinə qaydalara riayət edilməlidir.

10.10 Alovdan (yanar qazdan) istifadə etməklə atom-absorbsiya analizinin aparılması zamanı bütün işlər qaz təsərrüfatında **Sənayedə İşlərin Təhlükəsiz Görülməsi və Dağ-Mədən Nəzarəti Dövlət Agentliyi** tərəfindən təsdiq edilmiş

təhlükəsizliyin qaydalarına və ГOCT 12.1.004 üzrə yanğın təhlükəsizliyinə uyğun olaraq aparılmalıdır.

10.11 İşçi sahəsinin havasında zərərli maddələrin icazə verilən maksimum konsentrasiyası və bu maddələrin təhlükə sinfi - ГOCT 12.1.005 üzrə.

10.12 Tullantı turşuları və qələvilər xüsusi qablarda ayrıca yığılmalıdır; zərərsizləşdirildikdən sonra kanalizasiyaya və ya yerli şəraitə uyğun olaraq bu məqsədlə xüsusi təyin olunmuş yere tökün.

10.13 İlk tibbi müayinədən keçmiş və sağlamlıq vəziyyətinə görə təhlükəli maddələrlə işləməyə icazə verilən ən az 18 yaşlı olan şəxslərin analitik laboratoriyalarda işləməsinə icazə verilir.

10.14 Hər bir işçi imtahanlar verməklə əməyin mühafizəsi üzrə ilkin təlimdən və sonrakı dövrü attestasiyadan keçməlidir. Bütün işçilər ГOCT 12.0.004 uyğun olaraq əməyin mühafizəsi üzrə təlim, bilik yoxlanılmasından, norma və təlimatlardan keçməlidirlər.

10.15 Kimyəvi və spektral laboratoriyalarda işləyənlər ГOCT 12.4.011 uyğun olaraq xüsusi geyimlər, xüsusi ayaqqabılar və qoruyucu alətlərin verilməsi üçün qüvvədə olan normalara uyğun olaraq fərdi qoruyucu vasitələrlə təmin edilməlidir.

10.16 Analiz apararkən dəriyə turşu və qələvilərin dəriyə düşməsinin qarşısını alma tədbirlərinə riayət edilməli, ГOCT 12.4.011 uyğun olaraq fərdi qoruyucu vasitələrdən istifadə edilməli, şəxsi gigiyenaya riayət edilməli, ГOCT 12.4.068 uyğun olaraq qoruyucu dermatoloji vasitələrdən istifadə edilməlidir.

10.17 Laboratoriya otaqları ilkin yanğınsöndürmə vasitələri ilə təchiz olunmalıdır. Laboratoriya otaqlarının yanğın təhlükəsizliyi [7] və ГOCT 12.1.004-ün tələblərinə uyğun olaraq təmin edilməlidir.

BİBLİOQRAFIYA

- [1] МИ 2335-2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа
- [2] [PMГ 61-2003](#) Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки
- [3] [PMГ 60-2003](#) Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке
- [4] Рекомендации по стандартизации Р 50.2.003-2000 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества. Пакет программ. Q-Control
- [5] [СНиП 23-05-95](#) Санитарные нормы и действующие правила. Естественное и искусственное освещение
- [6] [СП 2.6.1.758-99](#) Ионизирующее излучение, радиационная безопасность. НРБ-99
- [7] [ППБ-01-2003](#) [Правила пожарной безопасности в Российской Федерации](#)

УДК 669.21/23:543.06:006.354

OKC

B59

OKCTY

77.120.99

1709

Açar sözlər: qiymətli metallar, ərintilər, kəmiyyət kimyəvi analiz metodikaları, analiz metodlarına dair ümumi tələblər



Rəsmi nəşr
"Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutu"
publik hüquqi şəxs

AZS ГОСТ P 52599:2021

**Qiymətli metallar və onların ərintiləri.
Analiz metodlarına dair ümumi tələblər.**