ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

СПЕКТРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИКЕЛЯ

ГОСТ 1293.15—90

Издание официальное

455-95
33
БЗ 1—90/1

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.45'75 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

Спектрографический метод определения никеля

Antimonous lead alloys. Spectrographical method for determination of nickel

ГОСТ 1293.15—90

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.2001

Настоящий стандарт устанавливает спектрографический метод определения никеля от 0,0005 до 0,005% в свинцово-сурьмянистых сплавах.

Метод основан на переведении свинцово-сурьмянистого сплава в сернокислую соль с последующим спектрографическим определением никеля в дуговом режиме на кварцевом спектрографе типа ИСП-30.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Отбор проб и подготовка к анализу — по ГОСТ 1292 и ГОСТ 24231.

1.2. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

1.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, каждое из которых получают по трем спектрограммам на одной фотопластинке.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 1293.0 с дополнениями.

2.1.1. Все приборы, применяемые при спектральном анализе свинцово-сурьмянистых сплавов, должны быть снабжены устрой-

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1990

ствами для заземления по ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 12.1.030 и заземлены в соответствии с правилами устройства электроустановок, утвержденных Главгосэнергонадзором.

2.1.2. Для предотвращения попадания в воздух рабочей зоны вредных веществ в количествах, превышающих предельно допустимые концентрации по ГОСТ 12.1.005, и для защиты от электромагнитных излучений и ожога ультрафиолетовыми лучами каждый источник возбуждения спектров должен помещаться внутри приспособления, оборудованного встроенным вытяжным воздухоприемником по ГОСТ 12.4.021 и защитным экраном по ГОСТ 12.1.019.

2.1.3. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны необходимо осуществлять по ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.016.

2.1.4. Станок, используемый для заточки графитовых электродов, должен иметь встроенный вытяжной воздухоприемник.

2.1.5. Подготовка проб к анализу (растворение, выпаривание, взятие навесок, перетирание, набивка угольных электродов) должна проводиться в боксах, оборудованных встроенными вытяжными воздухоприемниками.

2.1.6. Допустимые уровни шума на рабочих местах должны соответствовать ГОСТ 12.1.003. Контроль за уровнем шума на рабочих местах лабораторных помещений проводят по ГОСТ 12.1.050.

2.1.7. Лабораторные помещения спектрального анализа должны соответствовать правилам по устройству и содержанию лабораторий и пунктов спектрального анализа.

3. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф с кварцевой оптикой средней дисперсии типа ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели. Допускается применение приборов с фотоэлектрической регистрацией спектра и других спектрографических приборов, аттестованных в соответствии с ГОСТ 8.326, при условии получения метрологических характеристик не хуже установленных настоящим стандартом.

Генератор дуги переменного тока.

Генератор дуги постоянного тока, обеспечивающий напряжение не менее 200 В и силу тока не менее 15 А.

Микрофотометр любого типа, позволяющий измерять плотность почернения аналитических линий.

Спектропроектор любого типа.

Весы аналитические и торсионные с погрешностью взвешивания не более 0,0002 и 0,001 г соответственно.

Печь муфельная, позволяющая регулировать температуру до 700 °С.

Станок для заточки графитовых электродов типа КП-35 или любого другого типа.

Ступка с пестиком агатовая, яшмовая или из оргстекла.

Чашки фарфоровые выпаривательные по ГОСТ 9147 вместимостью 50—250 см³.

Электроды графитовые диаметром 6 мм с размером кратера 4×4 мм с поперечным сквозным отверстием в нижней части кратера диаметром 0,7 мм (подготовленные электроды обжигают в дуге переменного или постоянного тока силой 10 А в течение 10 с).

Контрэлектроды графитовые, заточенные на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5—2,0 мм.

Порошок графитовый, полученный из графитовых электродов.

Фотопластинки «спектрографические» типа 1.

Проявитель метол-гидрохиноновый, состоящий из двух растворов, которые перед проявлением смешивают в соотношении 1:2.

Раствор 1	
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709	до 1 дм³
Калий углекислый по ГОСТ 4221	60 г
Раствор 2	
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709	до 2 дм³
Метол по ГОСТ 25664	6 г
Гидрохинон по ГОСТ 19627	15 г
Натрий сернистокислый по ГОСТ 195	90 г
Калий бромистый по ГОСТ 4160	6 г

Фиксаж кислый.

Электроплитка нагревательная по ГОСТ 14919.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Воронка и пуансон из оргстекла для перенесения навески в кратер электрода и уплотнения ее.

Сплав свинцово-сурьмянистый по ГОСТ 1292 с массовой долей никеля менее 0,0001%.

Никель по ГОСТ 849, марка Н-0.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233 и раствор с массовой долей 20%.

4. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

4.1. Основой для приготовления образцов сравнения служит сернокислый свинец, полученный из свинцово-сурьмянистого сплава с массовой долей никеля менее $1 \cdot 10^{-4}$%. Кусочки сплава массой 50—500 мг, стружку или опилки помещают в фарфоровую чашку и отмывают от поверхностных загрязнений в растворе азотной кислоты (1:3) в течение 30 с и дистиллированной воде. Подготовленный сплав растворяют в растворе азотной кислоты

(1 : 3) при умеренном нагревании под часовым стеклом. При значительном упаривании раствора добавляют 5—10 см³ воды для предотвращения выпадения в осадок нитрата свинца. После полного растворения сплава осаждают сульфат свинца постепенным добавлением раствора серной кислоты до полного осаждения свинца. Раствор сливают и отбрасывают, оставляя осадок. Осадок дважды промывают водой, высушивают и прокаливают в муфельной печи при температуре ~550 °С в течение 1 ч. Сернокислый свинец хранят в полиэтиленовой посуде с завинчивающейся крышкой

4.2. Стандартные растворы никеля (1 мг/см³) готовят следующим образом: 0,1 г никеля растворяют в 15 см³ раствора азотной кислоты (1 : 3) и переводят на объем 100 см³. При приготовлении стандартного раствора можно использовать соль никеля. При необходимости приготовленный раствор анализируют атомно-абсорбционным или фотометрическим методом по ГОСТ 1293.13

4.3. Образцы сравнения готовят следующим образом: в фарфоровую чашку вместимостью 50 см³ помещают навеску основы массой 9,995 г, смачивают ее 1—2 см³ воды, добавляют 5 см³ стандартного раствора никеля, высушивают на электроплитке и прокаливают в муфельной печи при температуре ~550 °С в течение 1 ч. Полученный основной образец, содержащий 0,05% никеля, перетирают в ступке.

Методом последовательного разбавления основного образца в 10 раз, а каждого вновь приготовленного в 2—2,5 раза готовят серию рабочих образцов сравнения. В качестве разбавителя используют основу, полученную по п. 4.1.

Образцы сравнения, содержащие 0,0050; 0,0025; 0,0010; 0,0005% никеля, хранят в бюксах или другой плотно закрывающейся посуде.

4.4. Буферную смесь готовят добавлением в графитовый порошок 2%-ного хлористого натрия в виде соли или раствора.

Анализируемые пробы и стандартные образцы смешивают с буфером в соотношении 7 : 1.

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. Кусочки, стружку или опилки свинцово-сурьмянистого сплава массой 1—2 г помещают в фарфоровую чашку, обмывают раствором азотной кислоты (1 : 3) и водой и растворяют в 30—40 см³ азотной кислоты (1 : 3) при медленном нагревании под часовым стеклом. При значительном упаривании раствора добавляют 5—10 см³ воды для предотвращения выпадения в осадок нитрата свинца. После растворения сплава добавляют небольшими порциями ~10 см³ раствора серной кислоты до полного осаж-

дения сульфата свинца. Раствор над осадком выпаривают на электроплитке до прекращения выделения паров серной кислоты и прокаливают в муфельной печи в течение 30 мин при температуре ~550 °С.

Полученную соль перетирают в ступке, смешивают с буфером в соотношении 7 : 1 и передают на спектральный анализ.

От каждой пробы отбирают для анализа две навески.

5.2. Навески подготовленных проб и образцов сравнения массой по 100 мг помещают в кратеры графитовых электродов, уплотняют пуансоком и фотографируют в дуге постоянного тока силой 15 А на фотопластинки типа 1 (по три спектра для каждого образца сравнения и каждой навески пробы).

Ширина щели спектрографа типа ИСП-30 0,017 мм, время экспозиции 95 с.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. На микрофотометре измеряют почернение аналитической линии никеля 305,08 нм ($S_{Ni+ф}$) и фона ($S_ф$) со стороны длинных волн. Градуировочные графики строят в координатах ΔS—$\lg C$, где ΔS — среднее арифметическое из трех значений $S_{Ni+ф}$—$S_ф$, C — массовая доля никеля в образцах сравнения в процентах. По полученным значениям ΔS по графику определяют массовую долю никеля в анализируемой пробе. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений (каждое определение из трех спектрограмм). Расхождение результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать абсолютных допускаемых расхождений, вычисленных по формуле

$$d=\sigma_{\text{сх. отн}}\cdot\overline{x}\cdot Q(P',\ n)=0{,}22\overline{x},$$

где $\sigma_{\text{сх отн}}$ — относительное генеральное среднее квадратическое отклонение сходимости, равное 0,08;

$\overline{x}$ — среднее арифметическое результатов параллельных определений;

$Q(P', n)$ — критическое значение размаха выборки нормальной совокупности, равное 2,77 для $P'=0{,}95$ и $n=2$.

Расхождение двух результатов анализа одной и той же пробы (D — показатель воспроизводимости) не должно превышать абсолютных допускаемых расхождений, рассчитанных по формуле

$$D=\sigma_{\text{в. отн}}\cdot\overline{y}\cdot Q\ (P', n)=0{,}28\ \overline{y},$$

где $\sigma_{\text{в.отн}}$ — относительное генеральное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости, равное 0,10;

$\overline{y}$ — среднее арифметическое двух результатов анализа.

7. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

7.1. Контроль точности результатов анализа осуществляют методом добавок или сопоставлением результатов анализа с результатами, полученными по другой независимой методике, не реже одного раза в месяц, а также при замене реактивов, после ремонта спектрографической установки, после длительного перерыва в работе и других изменениях, влияющих на результаты анализа.

7.1.1. Величина добавок должна быть в два раза меньше или соответствовать массовой доле элемента в анализируемой пробе. Добавку (раствор никеля) вводят перед растворением пробы сплава в азотной кислоте.

Результаты анализа считают точными, если найденная величина добавки отличается от введенной ее величины не более чем на $0{,}71\sqrt{\overline{D_1}^2+\overline{D_2}^2}$, где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения результатов анализа пробы без добавки и с добавкой соответственно.

7.1.2 Для контроля точности используют методику в соответствии с ГОСТ 1293.13 или аттестованную по ГОСТ 8.505 и имеющую погрешность, не превышающую погрешность контролируемой методики анализа.

Результаты анализа проб считают точными, если $|C_к - C_{сп}| \leqslant 0{,}71\sqrt{\overline{D_к}+\overline{D_{сп}}}$, где $D_к$ и $D_{сп}$ — допускаемые расхождения между результатами анализа пробы контрольным и спектрографическим контролируемым методами.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством металлургии СССР

   РАЗРАБОТЧИКИ

   А. П. Сычев, д-р техн. наук; А. Б. Минеев; Л. К. Ларина; Т. И. Трашкова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 26.02.90 № 267

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 8.326—78	3
ГОСТ 8.505—84	7.1.2
ГОСТ 12.1.003—83	2.1.7
ГОСТ 12.1.005—88	2.1.3, 2.1.4
ГОСТ 12.1.007—76	2.1.4
ГОСТ 12.1.016—79	2.1.4
ГОСТ 12.1.019—79	2.1.3
ГОСТ 12.1.030—81	2.1.2
ГОСТ 12.1.050—86	2.1.7
ГОСТ 12.2.007.0—75	2.1.2
ГОСТ 12.4.021—75	2.1.3
ГОСТ 195—77	3
ГОСТ 849—70	3
ГОСТ 1292—81	1.1, 3
ГОСТ 1293.0—83	2.1
ГОСТ 1293.13—83	4.2, 7, 1.2
ГОСТ 4160—74	3
ГОСТ 4204—77	3
ГОСТ 4221—76	3
ГОСТ 4233—77	3
ГОСТ 4461—77	3
ГОСТ 6709—72	3
ГОСТ 9147—80	3
ГОСТ 14919—83	3
ГОСТ 19627—74	3
ГОСТ 24231—80	1.1
ГОСТ 25086—87	1.2
ГОСТ 25664—83	3

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*
Корректор *И. Л. Асауленко*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. [illegible] в печ. 04.05.90 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,47 уч.-изд. л.
Тир. 6000 Цена 10 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1738