МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОДЫ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 8—96

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Донецким государственным институтом цветных металлов (ДонИЦМ), (МТК 107)

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 26 апреля 1995 г. (протокол № 7 МГС)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Молдавия	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 19 июня 1996 г. № 409 межгосударственный стандарт ГОСТ 23328—95 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 23328—78

© ИПК Издательство стандартов, 1996

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания, на территории Российской Федерации, без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода. 2
4 Аппаратура и материалы 2
5 Подготовка к анализу 2
6 Проведение анализа и обработка результатов 3
7 Контроль точности результатов анализа 4
Приложение А 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

Методы спектрального анализа

Zinc alloys.
Methods of spectral analysis

Дата введения 1997—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает атомно-эмиссионный метод определения содержания приведенных в таблице 1 элементов в пробах цинковых литейных и антифрикционных сплавов.

Таблица 1

Определяемый элемент	Диапазон массовых долей элементов, %				
Алюминий	От	3	до	13	включ.
Медь	Св.	0,01	»	6	»
Магний	»	0,01	»	0,1	»
Свинец	»	0,001	»	0,1	»
Железо	»	0,01	»	0,2	»
Олово	»	0,001	»	0,02	»
Кадмий	»	0,001	»	0,02	»
Кремний	»	0,01	»	0,04	»

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—91 ГСИ Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

Издание официальное

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

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

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на возбуждении излучения атомов пробы анализируемого сплава электрическим разрядом, разложении излучения в спектр, регистрации аналитических сигналов, пропорциональных интенсивности спектральных линий и последующем определении значений массовой доли с помощью градуировочных характеристик.

4 АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

Фотоэлектрические атомно-эмиссионные спектрометры.

Аргон газообразный первого и высшего сортов — по ГОСТ 10157.

Очиститель для сушки и очистки аргона.

Кондиционеры, обеспечивающие постоянную температуру и влажность.

Станок токарный или другое оборудование для подготовки пробы к анализу.

Электроды вольфрамовые в виде прутков диаметром 1—6 мм и угли спектральные марки G3 диаметром 6 мм.

Стандартные образцы (СО) — по ГОСТ 8.315.

Допускается применение другой аппаратуры и материалов, обеспечивающих точность результатов анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

5 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

5.1 Общие требования — по ГОСТ 25086.

5.2 Отбор и подготовку проб к анализу проводят в соответствии с ГОСТ 24231 и нормативно-технической документацией, регламентирующей требования к качеству литейных или антифрикционных цинковых сплавов.

5.3 Анализируемую поверхность пробы затачивают на токарном станке. Заточенная плоскость пробы должна быть ровной, гладкой, без усадочной раковины, пор, трещин, шлаковых и неметаллических включений. Подготовку анализируемой поверхности проводят непосредственно перед анализом.

5.4 Подготовку спектрометра к выполнению измерений проводят согласно инструкции по эксплуатации.

5.5 Градуирование спектрометра осуществляют по СО состава цинковых сплавов. Обработка анализируемой поверхности СО и пробы должна быть идентичной.

5.6 Градуировочные характеристики, установленные с учетом влияния химического состава и физико-химических свойств СО и анализируемой пробы, выражают в виде уравнения связи, графиков или таблиц.

Допускается использование градуировочных характеристик с введением поправок, корректирующих влияние химического состава.

Для спектрометров, сопряженных с ЭВМ, процедура градуировки определяется программным обеспечением.

6 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 Условия проведения анализа приведены в приложении А.

6.2 Длины волн спектральных линий и диапазон значений массовых долей элементов приведены в приложении А.

6.3 Допускается применение других условий проведения анализа и спектральных линий, обеспечивающих точность анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

6.4 Анализ пробы выполняют в двух параллельных определениях. За результат параллельного определения принимают результат регистрации аналитического сигнала, выраженного в единицах массовой доли элемента.

Допускается выполнение трех параллельных определений.

6.5 Расхождение между результатами параллельных определений аналитического сигнала, выраженного в единицах массовой доли элемента, не должно превышать допускаемое при доверительной вероятности 0,95. Допускаемое расхождение d рассчитывают по формуле

$$d = Q \cdot S_r \cdot X, \qquad (1)$$

где $Q = 2{,}77$ или $3{,}31$ — критическое значение отношения размаха результатов двух или трех параллельных определений соответственно к среднему квадратическому отклонению при доверительной вероятности 0,95;

S_r — относительное среднее квадратическое отклонение, характеризующее сходимость результатов параллельных определений. Значения S_r приведены в таблице 2;

X — среднее арифметическое результатов параллельных определений.

Таблица 2

Определяемый объект	Диапазон массовых долей, %	Относительное среднее квадратическое отклонение, характеризующее сходимость результатов параллельных определений, S_r	Относительное среднее квадратическое отклонение, характеризующее воспроизводимость результатов анализа, S_R
Кадмий, олово, свинец	От 0,001 до 0,01 вкл.	0,10	0,15
Железо, кадмий, кремний, магний, медь, олово, свинец	Св. 0,01 » 0,1 »	0,05	0,10
Железо, медь	» 0,1 » 0,5 »	0,03	0,05
Медь	» 0,5 » 2,0 »	0,02	0,05
Алюминий, медь	» 2,0 » 5,0 »	0,02	0,04
Алюминий, медь	Свыше 5,0	0,02	0,03

6.6 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений, удовлетворяющих требованиям 6.5.

7 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

7.1 Контроль точности результатов анализа осуществляют с помощью СО состава. Частоту контроля устанавливают с учетом стабильности градуировочных характеристик для каждого конкретного атомно-эмиссионного спектрометра.

7.2 Внеочередной контроль точности результатов анализа осуществляется после ремонта, профилактики спектрометра или изменения условий анализа.

7.3 Контроль сходимости результатов параллельных определений массовых долей элементов в СО и пробах осуществляют в соответствии с 6.5.

7.4 Контроль воспроизводимости результатов анализа выполняют, определяя массовые доли элементов в СО и/или ранее проанализированных пробах.

Расхождения результатов первичного и повторного анализа одной и той же пробы или СО не должны превышать допускаемое D (доверительная вероятность 0,95), рассчитанное по формуле

$$D = Q \cdot S_0 \cdot X', \qquad (2)$$

где $Q = 2{,}77$ — критическое значение отношения размаха двух результатов анализа к их среднему квадратическому отклонению при доверительной вероятности 0,95;

S_a — относительное среднее квадратическое отклонение, характеризующее воспроизводимость результатов анализа. Значения S_a приведены в таблице 2;

X' — среднее арифметическое результатов первичного и повторного анализа или аттестованное значение массовой доли элемента в СО.

7.5 При контроле правильности результатов анализа с помощью СО расхождения между воспроизведенной и аттестованной массовыми долями элемента в СО не должны превышать 0,4 D.

7.6 При контроле правильности путем выборочного сравнения результата атомно-эмиссионного анализа пробы X с результатом анализа этой же пробы X_1, полученным по другим стандартизованным или аттестованным методикам, должно выполняться условие:

$$|X - X_1| \le 0{,}4\sqrt{D^2 + D_1^2},$$

где D_1 — допускаемое другой методикой расхождение результатов анализа одной и той же пробы.

7.7 Если расхождение между результатами параллельных определений или расхождение между результатами анализа по 7.4—7.6 превышает допускаемые величины, анализ повторяют.

Если и при повторном анализе расхождение превышает допустимые величины, результаты анализа признают неверными и измерения прекращают до выяснения и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

7.8 Результаты анализа нескольких проб, отобранных от одной партии сплава, могут быть интерпретированы только с учетом неоднородности партии, погрешностей пробоотбора и др.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Таблица А.1 — Условия проведения анализа

Контролируемые параметры	Атомно-эмиссионные спектрометры		
	МФС-3, МФС-6, дуга переменного тока	АРЛ 3560, низковольтная искра	
		предынтегрирование	интегрирование
Напряжение, В	220	400	350
Частота, Гц	—	100	100
Сопротивление, Ом	—	—	4,7
Сила тока, А	1,8—8	—	—
Аналитический промежуток, мм	1,5	4	4
Ширина входной щели, мм	0,02—0,03	0,02—0,03	—
Продувка камеры аргоном, с	—	5	—
Время облучения, с	5—10	15	—
Время экспозиции, с	20—60	—	5
Электроды	Угли спектральные марки С3 диаметром 6 мм, заточенные на полусферу с радиусом 1,5 мм		Вольфрамовые

Таблица А.2 – Длины спектральных линий и диапазоны значений массовой доли элементов

Определяемый элемент	Длина волны определяемого элемента, мм	Диапазон значений массовой доли элементов, %				
Алюминий	266,0 308,2 309,2	От	3	до	7	включ.
Алюминий	396,1 305,4	Св.	7			
Железо	259,9 273,9 302,0 371,9	От	0,01	до	0,1	включ.
Кадмий	226,5 228,8 326,1 361,0	»	0,001	»	0,02	»
Кремний	288,1	»	0,01	»	0,04	»
Магний	277,9 279,0 279,5 277,5	»	0,01	»	0,1	»
Медь	327,3 261,8 296,1	» Св.	0,01 0,5	»	0,5	»
Олово	283,9 317,5	От	0,005	до	0,02	»
Свинец	283,3 405,7	»	0,001	»	0,1	»
Цинк, линия сравнения	250,2 307,2 307,5 334,5					

УДК 669.55:543.423 ОКС 77.120 В59 ОКП 17 2140

Ключевые слова: цинковые сплавы, атомно-эмиссионный спектральный анализ

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.С. Юфина*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 01.11.96. Подписано в печать 11.12.96.
Уч.-изд.л. 0,57. Тираж 262 экз. С/Д 1324. Зак. 41

gost.e-ecolog.ru

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6