ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56240— 2014

МЕДЬ

Спектральный метод измерения примесей

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ОАО «Уралмеханобр»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 ноября 2014 г. № 1675-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартинформ, 2015

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЕДЬ

Спектральный метод измерения примесей

Copper. Spectral methods of impurity analysis

Дата введения — 2015—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод измерения массовой доли примесей в меди в диапазонах, приведенных в таблице 1.

Общие требования к методу измерений и требования безопасности при выполнении измерений – по ГОСТ 25086, ГОСТ 31382, отбор проб для измерений – по ГОСТ 193, ГОСТ 546, ГОСТ 4960 и другим нормативным документам на конкретную продукцию.

Таблица 1 В процентах

Компонент	Диапазон массовой доли компонента	Компонент	Диапазон массовой доли компонента
Олово	От 0,00010 до 0,150 включ.	Сера	От 0,0005 до 0,030 включ.
Цинк	От 0,00010 до 0,100 включ.	Железо	От 0,00010 до 0,150 включ.
Серебро	От 0,0006 до 0,150 включ.	Кадмий	От 0,00010 до 0,060 включ.
Селен	От 0,00010 до 0,0060 включ.	Сурьма	От 0,00015 до 0,090 включ.
Теллур	От 0,00010 до 0,150 включ.	Мышьяк	От 0,00010 до 0,030 включ.
Кремний	От 0,0005 до 0,0070 включ.	Свинец	От 0,00015 до 0,060 включ.
Кобальт	От 0,00010до 0,0030 включ.	Хром	От 0,00010 до 0,050 включ.
Висмут	От 0,00006 до 0,015 включ.	Фосфор	От 0,00010 до 0,090 включ.
Никель	От 0,00010 до 0,30 включ.	Марганец	От 0,00010 до 0,010 включ.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 193–79 Слитки медные. Технические условия

ГОСТ 546–2001 Катоды медные. Технические условия

ГОСТ 4960–2009 Порошок медный электролитический. Технические условия

ГОСТ 18300–87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 25086–2011 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 31382–2009 Медь. Методы анализа

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

СТ СЭВ 543–77 Числа. Правила записи и округления

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Характеристики показателей точности измерений

Точность измерений массовой доли олова, цинка, серебра, селена, теллура, кремния, кобальта, висмута, никеля, серы, железа, кадмия, сурьмы, мышьяка, свинца, хрома, фосфора, марганца соответствует характеристикам, приведенным в таблице 2 (при доверительной вероятности P = 0,95).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 − Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли компонента при доверительной вероятности P = 0,95 В процентах

Компонент	Диапазон измерений массовой доли компонента	Показатель точности $\pm\Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
			повторяемости r (n=2)	воспроизводимости R
Олово	От 0,00010 до 0,00030 включ.	0,00006	0,00005	0,00007
	Св. 0,00030 » 0,00100 »	0,00014	0,00014	0,00020
	» 0,0010 » 0,0030 »	0,0005	0,0004	0,0006
	» 0,0030 » 0,0090 »	0,0013	0,0013	0,0019
	» 0,009 » 0,030 »	0,004	0,003	0,005
	» 0,030 » 0,090 »	0,010	0,009	0,015
	» 0,090 » 0,150 »	0,020	0,020	0,028
Цинк	От 0,00010 до 0,00020 включ.	0,00009	0,00010	0,00012
	Св. 0,00020 » 0,00060 »	0,00015	0,00009	0,00020
	» 0,0006 » 0,0020 »	0,0002	0,0002	0,0004
	» 0,0020 » 0,0060 »	0,0005	0,0004	0,0005
	» 0,0060 » 0,0100 »	0,0013	0,0013	0,0018
	» 0,010 » 0,030 »	0,003	0,003	0,004
	» 0,030 » 0,100 »	0,015	0,015	0,021
Серебро	От 0,0006 до 0,0020 включ.	0,0002	0,0002	0,0003
	Св. 0,0020 » 0,0060 »	0,0004	0,0003	0,0004
	» 0,0060 » 0,0100 »	0,0013	0,0013	0,0018
	» 0,010 » 0,030 »	0,003	0,003	0,004
	» 0,030 » 0,090 ».	0,010	0,010	0,015
	» 0,090 » 0,150 »	0,015	0,015	0,021
Селен	От 0,00010 до 0,00030 включ.	0,00007	0,00005	0,00009
	Св. 0,00030 » 0,00100 »	0,00018	0,00019	0,00027
	» 0,0010 » 0,0030 »	0,0006	0,0006	0,0008
	» 0,0030 » 0,0060 »	0,0013	0,0013	0,0018
Теллур	От 0,00010 до 0,00030 включ.	0,00006	0,00005	0,00008
	Св. 0,00030» 0,00100 »	0,00017	0,00017	0,00024
	» 0,0010 » 0,0030 »	0,0006	0,0006	0,0008
	» 0,0030 » 0,0060 »	0,0013	0,0013	0,0018
	» 0,006 » 0,010 »	0,002	0,002	0,003
	» 0,010 » 0,150 »	0,003	0,003	0,004
Кремний	От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0004	0,0004	0,0005
	Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0007	0,0007	0,0010
	» 0,0030 » 0,0070 »	0,0014	0,0015	0,0020
Кобальт	От 0,00010 до 0,00020 включ.	0,00005	0,00004	0,00007
	Св. 0,0002 » 0,0006 »	0,0001	0,0001	0,0002
	» 0,0006 » 0,0010 »	0,0004	0,0003	0,0005
	» 0,0010 » 0,0030 »	0,0008	0,0007	0,0008
Висмут	От 0,00006 до 0,00030 включ.	0,00006	0,00005	0,00008
	Св. 0,00030» 0,00050 »	0,00017	0,00017	0,00023
	» 0,0005 » 0,0015 »	0,0004	0,0003	0,0006
	» 0,0015 » 0,0050 »	0,0009	0,0009	0,0013
	» 0,005 » 0,015 »	0,002	0,002	0,003
Никель	От 0,00010 до 0,00030 включ.	0,00006	0,00006	0,00008
	Св. 0,00030» 0,00100 »	0,00018	0,00019	0,00025
	» 0,0010 » 0,0030 »	0,0006	0,0006	0,0008
	» 0,003 » 0,010 »	0,002	0,002	0,003
	» 0,010 » 0,030 »	0,004	0,004	0,006
	» 0,030 » 0,100 »	0,014	0,010	0,024
	» 0,10 » 0,30 »	0,04	0,03	0,06
Сера	От 0,0005 до 0,0015 включ.	0,0002	0,0002	0,0003

Окончание таблицы 2

Компонент	Диапазон измерений массовой доли компонента	Показатель точности $\pm\Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
			повторяемости *r (n=2)*	воспроизводимости *R*
	Св. 0,0015 » 0,0030 »	0,0004	0,0004	0,0006
	» 0,0030 » 0,0100 »	0,0010	0,0008	0,0012
	» 0,010 » 0,030 »	0,003	0,003	0,004
Железо	От 0,00010 до 0,00040 включ.	0,00009	0,00008	0,00011
	Св. 0,0004 » 0,0020 »	0,0003	0,0003	0,0004
	» 0,0020 » 0,0060 »	0,0009	0,0007	0,0011
	» 0,006 » 0,030 »	0,004	0,003	0,005
	» 0,030 » 0,080 »	0,014	0,014	0,010
	» 0,080 » 0,150 »	0,020	0,020	0,028
Кадмий	От 0,00010 до 0,00060 включ.	0,00007	0,00007	0,00009
	Св. 0,0006 » 0,0020 »	0,0002	0,0002	0,0004
	» 0,0020 » 0,0060 »	0,0005	0,0004	0,0006
	» 0,0060 » 0,0100 »	0,0013	0,0013	0,0018
	» 0,010 » 0,030 »	0,003	0,003	0,004
	» 0,030 » 0,060 »	0,012	0,012	0,018
Сурьма	От 0,00015 до 0,00060 включ.	0,00009	0,00009	0,00015
	Св. 0,0006 » 0,0020 »	0,0004	0,0004	0,0006
	» 0,0020 » 0,0100 »	0,0015	0,0012	0,0020
	» 0,010 » 0,030 »	0,005	0,004	0,008
	» 0,030 » 0,090 »	0,012	0,012	0,018
Мышьяк	От 0,00010 до 0,00020 включ.	0,00004	0,00004	0,00006
	Св. 0,0002 » 0,0006 »	0,0001	0,0001	0,0002
	» 0,0006 » 0,0010 »	0,0004	0,0003	0,0005
	» 0,0010 » 0,0030 »	0,0008	0,0007	0,0008
	» 0,003 » 0,010 »	0,002	0,002	0,003
	» 0,010 » 0,030 »	0,004	0,004	0,007
Свинец	От 0,00015 до 0,00060 включ.	0,00010	0,00010	0,00015
	Св. 0,0006 » 0,0020 »	0,0004	0,0004	0,0005
	» 0,0020 » 0,0060 »	0,0013	0,0013	0,0019
	» 0,006 » 0,010 »	0,003	0,003	0,004
	» 0,010 » 0,030 »	0,007	0,007	0,009
	» 0,030 » 0,060 »	0,011	0,011	0,016
Хром	От 0,00010 до 0,00060 включ.	0,00007	0,00007	0,00009
	Св. 0,0006 » 0,0020 »	0,0002	0,0002	0,0004
	» 0,0020 » 0,0060 »	0,0005	0,0004	0,0006
	» 0,0060 » 0,0100 »	0,0013	0,0013	0,0018
	» 0,010 » 0,030 »	0,003	0,003	0,004
	» 0,030 » 0,050 »	0,01	0,01	0,014
Фосфор	От 0,00010 до 0,00060 включ.	0,00010	0,00009	0,00012
	Св. 0,0006 » 0,0010 »	0,0004	0,0003	0,0005
	» 0,0010 » 0,0030 »	0,0008	0,0007	0,0010
	» 0,0030 » 0,0100 »	0,0014	0,0010	0,0020
	» 0,010 » 0,030 »	0,004	0,003	0,006
	» 0,030 » 0,090 »	0,011	0,011	0,015
Марганец	От 0,00010 до 0,00020 включ.	0,00005	0,00004	0,00008
	Св. 0,0002 » 0,0010 »	0,0001	0,0001	0,0002
	» 0,0010 » 0,0030 »	0,0007	0,0006	0,0010
	» 0,003 » 0,010 »	0,002	0,002	0,003

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- спектрометр атомно-эмиссионный;
- весы специального класса точности по ГОСТ Р 53228 с наибольшим пределом взвешивания 200 г и дискретностью 0,0001 г;
- станок фрезерный или металлорежущий станок;
- манометр с диапазоном измерений от 0 до 10 МПа;
- печь индукционную или печь сопротивления для переплавки пробы при температуре от

1180 °С до 1200 °С;

- тигли графитовые;
- изложницу графитовую;
- государственные стандартные образцы состава меди.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже перечисленных выше.

При выполнении измерений применяют следующие материалы:

- спирт этиловый по ГОСТ 18300.

5 Метод измерений

Метод основан на измерении интенсивности спектральных линий определяемых компонентов в анализируемом образце монолитной формы, медного проката и образцах сравнения с использованием атомно-эмиссионного спектрометра с дуговым и искровым источником возбуждения и фотоэлектрической регистрацией спектра.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Подготовка спектрометра

Подготовку спектрометра к выполнению измерений проводят в соответствии с требованиями инструкции по эксплуатации.

Спектрометр градуируют с использованием стандартных образцов состава меди и строят зависимость интенсивности аналитической линии от массовой доли для каждого определяемого компонента. При дальнейшей работе выполняют корректировку градуировочных характеристик в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра.

6.2 Требования к пробам

Пробы на измерение должны поступать в виде монолитного образца, имеющего хотя бы одну плоскую поверхность диаметром не менее 20 мм и высотой не менее 4 мм.

Пробы медного электролитического порошка предварительно должны быть сплавлены в темплеты диаметром не менее 20 мм и высотой не менее 10 мм. Для этого пробу порошка расплавляют в графитовом тигле (форме) с плотно прилегающей крышкой в индукционной печи или печи сопротивления при температуре от 1180 °С до 1200 °С. Расплавленный металл выдерживают в тигле под крышкой в течение от 5 до 10 мин и отливают в графитовые изложницы два пробных слитка диаметром не менее 20 мм и высотой не менее 10 мм. Слиток выдерживают в графитовой изложнице на воздухе не более 1 мин, затем охлаждают изложницу со слитком в холодной воде.

При проведении измерений стержневых образцов используют специальный адаптер.

При проведении измерений образцов медного проката используют специальный адаптер. Образцы должны иметь толщину не менее 0,2 мм, образцы толщиной менее 0,2 мм должны быть предварительно сложены в несколько раз.

6.3 Подготовка проб к измерению

Поверхность пробы непосредственно перед проведением измерения обрабатывают на фрезерном станке или любом другом металлорежущем станке без применения смазочных жидкостей. Обработку осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации станка. После обработки на станке на поверхности не должно быть раковин, царапин, трещин, шлаковых включений и заусениц.

Поверхность образцов медного проката обрабатывают этиловым спиртом. Расход спирта на одно измерение не менее 10 $см^3$.

7 Выполнение измерений

Выполнение измерений осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра. Количество образцов для измерений определяют в соответствии с нормативными документами на продукцию или внутренними документами предприятия. Для каждого образца выполняют не менее двух параллельных определений.

8 Обработка результатов измерений

8.1 Обработку результатов измерений проводят с использованием компьютера спектрометра автоматически по заданной программе и представляют их в виде значений массовых долей определяемых компонентов.

8.2 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значения (при доверительной вероятности $P = 0,95$) предела повторяемости r, приведенного в таблице 2.

Если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 (подпункт 5.2.2.1).

8.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значения предела воспроизводимости, приведенного в таблице 2. В этом случае за окончательный результат может быть принято их средне арифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6.

8.4 Округление результатов измерений осуществляют в соответствии с требованиями СТ СЭВ 543.

УДК 669.3:546.56.06:006.354 ОКС 77.120.30

Ключевые слова: медь, компонент, метод измерений, стандартный образец, диапазон измерений, показатель точности

Подписано в печать 02.03.2015. Формат 60х841/8.

Усл. печ. л. 0,93. Тираж 31 экз. Зак. 490.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru