УДК 669.65'891.018.24:543.42:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БАББИТЫ КАЛЬЦИЕВЫЕ

Метод атомно-абсорбционного спектрального анализа

Lead-calcium bearing alloys.
Method of atomic-absorbing spectral analysis

ГОСТ 9519.3—77

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт устанавливает метод атомно-абсорбционного спектрального анализа кальциевых баббитов.

Метод основан на измерении спектров поглощения при введении в пламя градуировочных растворов и растворов анализируемых проб.

Метод устанавливает определение примесей и основных компонентов кальциевых баббитов в диапазоне массовых долей, %:

кальция — от 0,1 до 1,2;
натрия — от 0,1 до 1,2;
цинка — от 0,001 до 0,06.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 9519.0.

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Спектрофотометр атомно-абсорбционный.

Компрессор воздушный, обеспечивающий давление воздуха 1,5—2 ат.

Весы аналитические типа АДВ-200.

Баллоны с ацетиленом.

Источники резонансного излучения: лампы спектральные с полым катодом из кальция, лампы высококачественные, обеспечивающие эмиссию натрия и цинка.

Азотная кислота по ГОСТ 4461, разбавленная 1:3 и 1:1.

Свинца окись по НД.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Цинк металлический по ГОСТ 3640 марки Ц0.

Вода дистиллированная.

Типовые растворы свинца.

Раствор *А*; готовят следующим образом: 5 г окиси свинца растворяют без нагревания в 40—50 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:3. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

Раствор *Б*; готовят следующим образом: 20 г окиси свинца растворяют без нагревания в 60—80 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:3. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

Типовые растворы кальция.

gost.e-ecolog.ru

Раствор *А*; готовят следующим образом: 0,625 г углекислого кальция, высушенного до постоянной массы, растворяют в азотной кислоте, разбавленной 1:1. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

1 см³ раствора *А* содержит 1,0 мг кальция.

Раствор *Б*; готовят разбавлением в 10 раз раствора *А*.

1 см³ раствора *Б* содержит 0,1 мг кальция.

Типовые растворы натрия.

Раствор *А*; готовят следующим образом: 1,271 г хлористого натрия, высушенного до постоянной массы, растворяют в воде. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

1 см³ раствора *А* содержит 1,0 мг натрия.

Раствор *Б*; готовят разбавлением в 10 раз раствора *А*.

1 см³ раствора *Б* содержит 0,1 мг натрия.

Типовые растворы цинка.

Раствор *А*; готовят следующим образом: 0,5 г металлического цинка растворяют в азотной кислоте, разбавленной 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

1 см³ раствора *А* содержит 1,0 мг цинка.

Раствор *Б*; готовят разбавлением в 10 раз раствора *А*.

1 см³ раствора *Б* содержит 0,1 мг цинка.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Для анализа кальциевых баббитов готовят две серии градуировочных растворов. Содержание определяемых примесей в серии должно соответствовать интервалу содержаний этих примесей в анализируемых пробах.

3.2. Первую серию градуировочных растворов для определения кальция и натрия готовят в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Номер градуировочного раствора	Аликвотная часть типового раствора, см³					Содержание элементов, % по массе
	окиси свинца	кальция		натрия		
	А	А	Б	А	Б	
1	20	—	—	—	—	0
2	20	—	10	—	10	0,2
3	20	—	20	—	20	0,4
4	20	—	30	—	30	0,6
5	20	4	—	4	—	0,8
6	20	5	—	5	—	1,0
7	20	6	—	6	—	1,2
8	20	7	—	7	—	1,4

3.3. Вторую серию градуировочных растворов для определения цинка готовят в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

Номер градуировочного раствора	Аликвотная часть типового раствора, см³		Содержание элементов, % по массе
	окиси свинца *Б*	цинка Б	
1	25	—	0
2	25	1	0,005
3	25	2	0,01
4	25	4	0,02
5	25	8	0,04
6	25	12	0,06
7	25	16	0,07

3.4. Аликвотные части типовых растворов первой серии переносят в мерные колбы вместимостью 250 см³, второй серии — вместимостью 100 см³, вводят по 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3, доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

3.5. Для определения натрия и кальция навеску пробы 0,5 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют без нагревания в 30—40 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и тщательно перемешивают.

3.6. Для определения цинка навеску пробы 2 г, взвешенную с погрешностью 0,0002 г, растворяют без нагревания в 40—50 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. На монохроматоре атомно-абсорбционного спектрофотометра выводят аналитическую линию определяемого элемента, включают лампу с полым катодом, излучающую спектр соответствующего элемента, и устанавливают ширину щели монохроматора.

4.2. Условия измерения определяемых элементов приведены в табл. 3.

Таблица 3

Параметр	Условие измерения для определения		
	кальция	натрия	цинка
Ширина щели, мм	0,015	0,015	0,07—0,1
Сила тока в цепи высокочастотного генератора, мА	—	80	140
Сила тока в цепи питания лампы с полым катодом из кальция, мА	12	—	—
Аналитические линии, нм	422,7	589,5	213,8

4.3. Градуировочные растворы и растворы проб последовательно распыляют в пламя, регистрируя величины фототока на измерительном приборе до и после распыления, находят его среднее значение J_0, а также среднее значение фототока во время распыления J_i.

4.4. Для каждого раствора измерения производят три раза.

4.5. По измеренным величинам фототока вычисляют значения оптической плотности (D) по формуле

$$D = \lg \frac{I_0}{I_i} = \lg I_0 - lg\, I_i$$

и находят средние значения оптической плотности по параллельным измерениям для каждого i-го раствора D_i.

Градуировочный график строят по результатам измерения градуировочных растворов, откладывая на оси ординат значения D_i, а на оси абсцисс — значения концентраций определяемого элемента C_i.

Для прямолинейного участка градуировочного графика, проходящего через начало координат, концентрацию определяемого элемента в пробе (С) в процентах вычисляют по формуле

$$C = \frac{D}{K},$$

где K — тангенс угла наклона градуировочного графика, вычисляемого методом наименьших квадратов по формуле

$$K = \frac{\sum\limits_{i} D_i}{\sum\limits_{i} C_i},$$

где C_i — концентрация определяемого элемента в i-ом стандартном образце предприятия.

Для интервала концентраций с нелинейной зависимостью D = f(c) рекомендуется строить градуировочные графики в координатах lgD—lgC.

4.6. Контроль положения градуировочного графика проводят по стандартным образцам периодически. Смещение градуировочного графика считают допустимым при выполнении условия

$$|\overline{X}-\overline{X}_{атт}| \leq 0{,}5\,\frac{d_{отн}}{100}\,X,$$

где $\overline{X}$ — результат анализа, %;

$\overline{X}_{атт}$ — массовая доля, приведенная в свидетельстве на стандартный образец предприятия, %;

$d_{отн}$ — допускаемое расхождение, указанное в табл. 4, %;

X — значение аттестуемой характеристики, %.

4.5, 4.6. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. **(Исключен, Изм. № 2).**

5.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений. Допускаемые расхождения между наиболее различающимися данными при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать величин, указанных в табл. 4.

Числовые значения результатов анализа должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и соответствующие нормируемые показатели химического состава, заданные в стандартах на марки сплавов.

Таблица 4

Определяемый элемент	Диапазон массовых долей, %	Относительное допускаемое расхождение, %
Кальций	0,1—1,2	2
Натрий	0,1—1,2	2
Цинк	0,001—0,06	10

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5.3. Воспроизводимость результатов анализа одной и той же пробы ($\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$), выполненных в разное время, в разных лабораториях по данной методике, должны удовлетворять условию

$$|\overline{X}_1-\overline{X}_2| \leq 1{,}3\,\frac{d_{отн}}{100}\cdot X,$$

где $d_{отн}$ — допускаемое расхождение в %, указанное в табл. 4, %.

5.4. В случае попадания результата анализа в критическую область поля допуска на содержание элемента в сплаве заданной марки $\delta \pm \frac{\delta_{отн}}{100}\cdot X$ (δ — нормированная граница марочного состава по ГОСТ 1209), пробу анализируют химическими методами по ГОСТ 1219.1—ГОСТ 1219.8.

5.3, 5.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В.С. Чумаченко, Л.И. Фунин, В.И. Петров, А.И. Погонина, С.Д. Демченко, Р.П. Петрова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 15.04.77 № 946**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 1209—90	5.4
ГОСТ 3640—94	2
ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 4530—76	2
ГОСТ 9519.0—82	1.1
ГОСТ 1219.1-74—ГОСТ 1219.8-74	5.4
ТУ 6-09-5382—88	2

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)**

6. **ИЗДАНИЕ (июль 2000 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1982 г., июне 1987 г. (ИУС 1—83, 10—87)**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *Н.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 21.06.2000. Подписано в печать 01.09.2000. Усл.печ.л. 1,86. Уч.-изд.л. 1,57. Тираж 120 экз. С 5773. Зак. 785.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru