МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОЛОВО

МЕТОДЫ СПЕКТРАЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВИСМУТА, ЖЕЛЕЗА, МЕДИ, МЫШЬЯКА, СВИНЦА, СУРЬМЫ, ЦИНКА И АЛЮМИНИЯ

Издание официальное

БЗ 10—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.6 : 543.42 : 006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОЛОВО

Методы спектрального определения висмута, железа, меди, мышьяка, свинца, сурьмы, цинка и алюминия

ГОСТ 15483.10—78

Tin. Spectral methods for determination of bismuth, iron, copper, arsenic, lead, antimony, zinc and aluminium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод количественного определения содержания висмута, железа, меди, мышьяка, свинца и сурьмы, а также полуколичественного определения содержания алюминия, цинка и мышьяка (при массовой доле менее 0,01 %) в олове всех марок, кроме олова высокой чистоты.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 15483.0 со следующим дополнением: пробу на анализ отбирают по ГОСТ 860 в виде литых стержней круглого сечения диаметром 8 мм и длиной 70—80 мм в количестве необходимом для анализа. Если проба на анализ поступает в форме чушки, то среднюю пробу отбирают в виде стружки по ГОСТ 860, расплавляют в предварительно разогретом графитовом тигле с крышкой при 240—250 °С под слоем канифоли и отливают в изложницу в виде стержней указанных выше размеров. Диаметры подготовленных к анализу проб и стандартных образцов должны быть одинаковыми. Нельзя использовать электроды длиной менее 30 мм.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1.2. Градуировку прибора проводят по градуировочным образцам, в качестве которых возможно использование стандартных образцов предприятия. Контроль правильности градуировочных характеристик осуществляют с применением ГСО 669-75 — ГСО 672-75.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

2. СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД КОЛИЧЕСТВЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ В ОЛОВЕ

2.1. Сущность метода

Метод основан на возбуждении спектра в искровом разряде и регистрации его фотографическим или фотоэлектрическим методами.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Метод обеспечивает определение примесей в следующих интервалах концентрации, %:

висмут — от 0,001 до 0,15;
железо » 0,005 » 0,06;
медь » 0,003 » 0,15;
свинец » 0,01 » 1,0;
сурьма » 0,01 » 0,3;
мышьяк » 0,01 » 0,07.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.2. Аппаратура, реактивы и материалы

Спектрограф кварцевый любого типа с фотографической регистрацией спектра или спектрометр с фотоэлектрической регистрацией спектра.

Генератор искровой.

Микрофотометр.

Спектропроектор.

Электропечь лабораторная по ОСТ 16.0.801.397 тигельная, позволяющая получать температуру до 500 °С.

Тигли графитовые или графито-шамотные с крышками.

Изложница для отливки электродов крупного сечения диаметром 8 мм и длиной 70—80 мм.

Напильник или станок для заточки электродов на плоскость.

Комплект стандартных образцов для спектрального анализа олова № 669-75 — 672-75 по Государственному реестру мер и измерительных приборов СССР и комплект стандартных образцов предприятия.

Фотопластинки спектральные типов СП-1, СП-2 и ЭС по нормативно-технической документации.

Проявитель и фиксаж — по ГОСТ 10691.6 Допускается применение проявителя другого состава.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Перед съемкой торцы анализируемых и стандартных образцов затачивают на плоскость.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3.2. **(Исключен, Изм. № 3).**

2.3.3. Источником возбуждения спектра является искровой разряд между стержнями анализируемых образцов, получаемый от искрового генератора, работающего в режиме высоковольтной искры.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.3а. Съемку проб и стандартных образцов проводят на спектрографе или спектрометре.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

2.3.4. Промежуточная диафрагма и ширина щели подбираются оптимальными в зависимости от типа прибора. Экспозиция — не менее 30 с.

В кассету спектрографа помещают фотопластинки двух типов: в длинноволновую часть спектра — типа СП-1, в коротковолновую часть спектра — типа СП-2.

Спектрограмму стандартных образцов и анализируемых проб снимают на одну и ту же фотопластинку.

Полученные фотопластинки со спектрограммами устанавливают на микрофотометр и фотометрируют почернения аналитических линий определяемых элементов и линий сравнения.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.3.4а. При работе на спектрометре с фотоэлектрической регистрацией спектра необходимо руководствоваться инструкцией по эксплуатации применяемого прибора.

2.3.4б. Для каждого стандартного образца снимают не менее двух спектрограмм, для каждой пробы — не менее трех.

2.3.4а, 2.3.4б. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

2.3.5. Рекомендуемые аналитические линии и линии сравнения приведены в табл. 1.

Таблица 1

Аналитическая линия, нм	Линия сравнения, нм	Диапазон определяемых концентраций, %
Bi 306,77	Sn 322,35	0,001—0,15
Fe 302,06	Sn 322,35	0,005—0,06
Cu 327,39	Sn 322,35	0,003—0,15
Pb 283,30	Sn 276,17	0,006—1,0
Sb 252,85	Sn 236,82	0,01—0,3
As 234,98	Фон	0,01—0,07

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Для каждой определяемой примеси вычисляют разность почернения (ΔS) аналитической линии определяемого элемента и линии сравнения (фона).

Из параллельных спектрограмм определяют среднее арифметическое значение разности почернения ($\Delta S_{ср}$).

По результатам фотометрирования стандартных образцов строят градуировочные графики для каждого определяемого элемента в координатах: $\Delta S - \lg C$, где $\lg C$ — логарифмы концентрации определяемой примеси.

По результатам фотометрирования спектров анализируемых проб по градуировочным графикам находят содержания определяемых примесей.

При фотоэлектрической регистрации спектра для каждой определяемой примеси с цифрового вольтметра снимают показания зарегистрированных излучений в спектре.

На масштабно-координатной бумаге строят график: $N - \lg C$, где N — среднее значение показаний вольтметра по каждому стандартному образцу для каждой определяемой примеси; C — массовая доля определяемой примеси в стандартном образце.

Содержание определяемого элемента в пробах оценивается по градуировочному графику по среднему показанию цифрового вольтметра для каждой определяемой примеси в пробе.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Определяемый элемент	Массовая доля определяемого элемента, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
Висмут	От 0,001 до 0,002	0,0006
	Св. 0,002 » 0,005	0,0008
	» 0,005 » 0,008	0,0015
	» 0,008 » 0,02	0,002
	» 0,02 » 0,04	0,005
	» 0,04 » 0,08	0,01
	» 0,08 » 0,15	0,015
Железо	От 0,005 до 0,01	0,002
	Св. 0,01 » 0,03	0,004
	» 0,03 » 0,06	0,008
Медь	От 0,003 до 0,005	0,001
	Св. 0,005 » 0,008	0,002
	» 0,008 » 0,02	0,003
	» 0,02 » 0,06	0,005
	» 0,06 » 0,15	0,01

Продолжение табл. 2

Определяемый элемент	Массовая доля определяемого элемента, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
Свинец	От 0,01 до 0,02	0,003
	Св. 0,02 » 0,05	0,005
	» 0,05 » 0,1	0,01
	» 0,1 » 0,3	0,03
	» 0,3 » 0,6	0,05
	» 0,6 » 1,0	0,1
Сурьма	От 0,01 до 0,02	0,003
	Св. 0,02 » 0,06	0,005
	» 0,06 » 0,1	0,01
	» 0,1 » 0,3	0,02
Мышьяк	От 0,01 до 0,04	0,005
	Св. 0,04 » 0,07	0,01

2.4.1, 2.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

3. ПОЛУКОЛИЧЕСТВЕННЫЙ СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ, ЦИНКА И МЫШЬЯКА

3.1. Сущность метода

Метод основан на фотографической или фотоэлектрической регистрации спектра стандартных образцов предприятия и проб, возбуждаемых в искровом разряде, получаемом от искрового генератора, работающего в режиме высоковольтной искры и сравнении почернений аналитических линий определяемых элементов, полученных на спектрограмме или сравнении показаний вольтметра.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Аппаратура, реактивы и материалы — по п. 2.2.

3.3. Проведение анализа

3.2, 3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3.1. В качестве стандартных образцов предприятия (СОП) для определения цинка и алюминия используют образец металлического олова с известной массовой долей этих примесей (0,002 % Al, 0,002 % Zn). Стандартный образец предприятия (СОП) приготовляют в виде стержня диаметром 7—8 мм и длиной 70—80 мм путем разливки олова в изложницу.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.3.2. Анализ проводят, как указано в п. 2.3. Наряду со стандартными образцами снимают и стандартный образец предприятия (СОП).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.3. Полученные фотопластинки со спектрограммами устанавливают на спектропроектор и визуально сравнивают почернения аналитических линий алюминия и цинка в стандартном образце предприятия (СОП) и пробах, а также почернения аналитической линии мышьяка в стандартных образцах и пробах.

При проведении анализа на спектрометре аналитические сигналы регистрируют в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

С цифрового вольтметра снимают показания зарегистрированных излучений алюминия, цинка или мышьяка в пробе и стандартном образце на соответствующую примесь и сравнивают их, делая полуколичественную оценку наличия или отсутствия алюминия, цинка или мышьяка в пробе.

Рекомендуемые аналитические линии:
алюминий — 308,21 нм;
цинк — 330,29 или 334,55 нм;
мышьяк — 234,98 нм.

Примечание. Количественное определение содержаний указанных элементов следует при необходимости проводить химическими методами.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В.С. Баев, Т.П. Алманова, Г.М. Власова, В.С. Мешкова, Л.В. Мищенко, Л.Д. Савилова, Р.Д. Тресницкая

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.12.78 № 3300

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 15483.10—70 в части разд. 1**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 860—75	1.1
ГОСТ 10691.6—88	2.2
ГОСТ 15483.0—78	1.1
ОСТ 16.0.801.397—87	2.2

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (апрель 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1984 г., октябре 1985 г., июне 1989 г. (ИУС 12—84, 1—86, 10—89)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Ковш*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 13.05.99. Подписано в печать 15.06.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,55.
Тираж 137 экз. С3070. Зак 493.

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

gost.e-ecolog.ru