МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

МЕТОД СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 11—2002

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.851.47:543.42:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

Метод спектрального анализа

Antimonous antimonides.
Method of spectral analysis

ГОСТ 13348—74

МКС 77.120.60
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.75

Настоящий стандарт распространяется на свинцово-сурьмянистые сплавы и устанавливает спектральный метод определения меди, сурьмы, висмута, серебра, мышьяка, олова, теллура и цинка.

Метод спектрального анализа основан на искровом возбуждении спектра с фотографической или фотоэлектрической регистрацией эмиссионных спектральных линий.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Пробу отбирают по ГОСТ 1292 и поставляют на спектральный анализ в виде литых стержней круглого сечения диаметром 7—10 мм и длиной 50—100 мм или в виде цилиндров диаметром 20—40 мм и высотой 10—50 мм.

Стандартные образцы и поступающие на анализ пробы должны быть адекватны по структуре, форме и размерам, анализируемая поверхность должна быть обработана одинаковым способом.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.3. Метод спектрального анализа позволяет определять основные компоненты и примеси в массовых долях, %:

сурьмы — от 0,1 до 8;
меди — от 0,001 до 0,3;
висмута — от 0,01 до 0,08;
серебра — от 0,001 до 0,03;
мышьяка — от 0,002 до 0,4;
олова — от 0,002 до 0,5;
теллура — от 0,004 до 0,06;
цинка — от 0,0009 до 0,1.

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

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1.1а. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 1293.0 и нормативно-технической документации, утвержденной в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

1.1а.1. Все приборы, применяемые при спектральном анализе свинцово-сурьмянистых сплавов, должны быть снабжены устройствами для заземления по ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 12.1.030 и заземлены в соответствии с требованиями Правил устройства электроустановок, утвержденных Главгосэнергонадзором.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1974
© ИПК Издательство стандартов, 2003

1.1а.2. Для предотвращения попадания в воздух рабочей зоны вредных веществ, выделяющихся в источниках возбуждения спектров и вредно действующих на организм работающего, в количествах, превышающих предельно допустимые концентрации, для защиты от электромагнитных излучений и предотвращения ожога ультрафиолетовыми лучами каждый источник возбуждения спектров должен помещаться внутри приспособления, оборудованного встроенным вытяжным воздухоприемником согласно ГОСТ 12.4.021 и защитным экраном.

1.1а.3. Станок, используемый для заточки угольных электродов, должен иметь встроенный вытяжной воздухоприемник для предотвращения попадания углеродсодержащей пыли в воздух рабочей зоны в количествах, превышающих предельно допустимые концентрации.

1.1а.4. Подготовка проб к анализу (растворение, выпаривание, взятие навесок, перетирание, набивка угольных электродов) должна проводиться в боксах, оборудованных встроенными вытяжными воздухоприемниками.

1.1а.5. Допустимые уровни шума на рабочих местах должны соответствовать ГОСТ 12.1.003.

Контроль за уровнем шума на рабочих местах лабораторных помещений следует проводить согласно ГОСТ 12.1.050.

1.1а.6. Лабораторные помещения спектрального анализа должны соответствовать требованиям правил по устройству и содержанию лабораторий и пунктов спектрального анализа, утвержденных в установленном порядке.

1.1а.1—1.1а.6. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Комплект аппаратуры для эмиссионного спектрального анализа с фотографической (спектрографы типов ИСП-30 и ДФС-8) или фотоэлектрической (квантометры типа МФС-8) регистрацией спектра, обеспечивающей необходимую чувствительность, позволяющей за одну экспозицию получить спектр от 210 до 350 нм.

Генератор искровой типов ИГ-3, ИВС-23 и других, позволяющих получить емкость от 0,01 до 0,02 мкФ, индуктивность 0,15 или 0,55 мгН (один-два цуга за полупериод), силу тока от 1,4 до 3 А.

Микрофотометр любого типа, предназначенный для измерения плотности почернения спектральных линий.

Стандартные образцы для построения градуировочного графика, изготовленные и аттестованные по ГОСТ 8.315.

Печь тигельная с терморегулятором до 500 °С.

Тигли графитовые или графито-шамотные.

Изложница для отливки стержней.

Напильники для заточки стержней.

Электроды угольные марки С-3, заточенные на усеченный конус с площадкой диаметром 3,5—2 мм.

Фотопластинки спектрографические типов ПФС-02, ПФС-03, НТ-2СВ по ТУ 6—43—1475 или других типов, позволяющие получить требуемую чувствительность определяемых элементов.

Проявитель метолгидрохиноновый следующего состава:

метол по ГОСТ 25664	(1,00±0,01) г
гидрохинон по ГОСТ 19627	(5,00±0,01) г
сульфат натрия безводный по ГОСТ 195 или ГОСТ 5644	(26,0±0,1) г
натрий углекислый безводный по ГОСТ 83	(20,0±0,1) г
калий бромистый по ГОСТ 4160	(1,00±0,01) г
вода дистиллированная по ГОСТ 6709	до 1000 $см^3$
фиксаж кислый	

Примечание. Допускается применять проявитель и фиксаж другого состава. Время проявления фотопластинок всех типов — (7±1) мин при температуре 18—20 °С.

При взятии навесок для приготовления проявителя и фиксажа используют аналитические и технические весы с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г и 0,01 г соответственно.

Допускается использование других приборов, материалов и реактивов, при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в настоящем стандарте.

Приборы должны быть аттестованы в соответствии с требованиями ГОСТ 8.326*.

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

---

* На территории Российской Федерации действуют ПР 50.2.009—94.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Определение сурьмы и олова свыше 0,3 %, меди, висмута и серебра в пределах, указанных в п. 1.3.

В качестве источника возбуждения спектра используют искровой разряд, полученный с помощью генератора типа ИГ-3. Генератор включен по сложной схеме и работает в «мягком» режиме: емкость 0,01 мкФ, индуктивность 0,15 или 0,55 мгН (один-два цуга за полупериод), сила тока 1,4—1,6 А, вспомогательный искровой промежуток 2,8 мм, аналитический промежуток 2,5 мм. Спектры фотографируют на пластинки спектрографические типов ПФС-02, ПФС-03, НТ-2СВ.

На щели спектрографа устанавливают трехступенчатый ослабитель. Ширина щели 0,020 мм. Промежуточная диаграмма круглая или 5 мм. Время экспозиции 20—40 с в зависимости от чувствительности фотопластинок. Нижним электродом служит анализируемая проба в виде стержня, заточенного на плоскость. Верхний электрод — угольный стержень, заточенный на усеченный конус.

Фотометрируют следующие пары линий:

Sb 323,2 или 326,7, или 302,9 нм — Pb 322,0 или 311,8 нм,

Cu 324,7 нм — Pb 322,0 или 311,8 нм,

Bi 306,7 нм — Pb 322,0 или 311,8 нм,

Ag 328,0 нм — Pb 322,0 или 311,8 нм,

Sn 284,0 или 303,4 нм — Pb 322,0 или 311,8 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.2. Определение мышьяка, теллура, сурьмы (0,1—0,3 %), олова (менее 0,3 %) и цинка.

В качестве источника возбуждения спектров используют искровой разряд от генератора типа ИГ-3. Генератор включен по сложной схеме и работает в «жестком» режиме: емкость — 0,02 мкФ, индуктивность 0,15 мгН, сила тока 2,8—3 А, задающий промежуток 2,8 мм, аналитический промежуток 2,5 мм, ширина щели 0,020 мм. Промежуточная диафрагма — круглая. Время экспонирования 60 с без предварительного обыскривания. Нижним электродом служит анализируемая проба в виде стержня, заточенного на плоскость. Верхний электрод — угольный стержень, заточенный на усеченный конус.

Фотометрируют следующие пары линий:

As 234,9 нм — Pb 233,2 или 223,7 нм,

Te 238,5 нм — Pb 233,2 или 223,7 нм, Pb 238,8 нм или фон на расстоянии 6 делений микрометрического винта со стороны длинных длин волн,

Sb 231,1 нм — Pb 233,2 или 223,7 нм,

или Sb 326,7 нм — Pb 322,0 или 311,8 нм,

Sn 235,4 нм — Pb 233,2 или 223,7 нм,

Zn 334,5 нм — Pb 322,0 нм.

При выполнении анализа на приборе с фотоэлектрической регистрацией спектра (МФС-8 и другие) подбирают оптимальные условия возбуждения и регистрации спектров, чтобы достичь необходимую чувствительность и точность результатов анализа. В качестве противоэлектрода используют электрод, предлагаемый фирмой—изготовителем прибора, или угольный стержень, заточенный на усеченный конус с площадкой диаметром 1,0 мм. Аналитические линии и линии сравнения используют те же, что указаны в пп. 3.1 и 3.2, или подбирают экспериментальным путем другие, дающие необходимую чувствительность и свободные от наложения мешающих линий.

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

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Спектры анализируемых проб и стандартных образцов фотографируют на одной и той же пластинке по шесть и три раза соответственно. Почернение аналитической линии (S_a) и линии сравнения ($S_{ср}$) измеряют на микрофотометре. Градуировочные графики строят в координатах ΔS—lg$C$, где ΔS — среднее трех значений S_a—$S_{ср}$, C — известная массовая доля определяемой примеси в стандартных образцах в процентах. По полученным значениям ΔS по графикам определяют массовые доли примесей в анализируемых пробах. За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, полученных на одной фотопластинке, каждое из трех спектрограмм. Расхождения между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P' = 0{,}95$ не должны превышать абсолютных допускаемых расхождений, рассчитанных по формуле

$$d = S_r \cdot \bar{x} \cdot Q\,(P', n) \text{ или } d = 0{,}28\,\bar{x},$$

где S_r — относительное среднеквадратическое отклонение результатов параллельных определений;

x — среднеарифметическое параллельных определений;

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

Расхождение между двумя результатами анализа одной и той же пробы при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать абсолютных допускаемых расхождений, рассчитанных по формуле

$$D = 0{,}3\bar{x}',$$

где $\bar{x}'$ — среднеарифметическое двух результатов анализа.

При работе на приборах с фотоэлектрической регистрацией спектра градуировочные графики строят в координатах n — lg C, где C — аттестованное значение массовой доли определяемого элемента в стандартных образцах; n — показания выходного измерительного прибора, пропорциональные логарифму интенсивности линий определяемого элемента и элемента сравнения.

Для квантометров, у которых показания выходного прибора пропорциональны относительной интенсивности линий, градуировочные графики строят в координатах n — C.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, каждое определение из трех измерений.

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

4.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов или путем сопоставления результатов анализа с данными, полученными независимым методом по ГОСТ 1293.1—ГОСТ 1293.5, ГОСТ 1293.10—ГОСТ 1293.12.

При контроле правильности по стандартным образцам результаты анализа считаются правильными, если воспроизведенное содержание определяемого компонента в СО отличается от аттестованной характеристики в свидетельстве на СО не более чем на 0,71 d.

При контроле правильности независимым методом результаты анализа считаются правильными, если разность результатов спектрального определения и контрольного метода удовлетворяет следующему неравенству (при двух параллельных определениях):

$$(x_1 - x_2) \leq 0{,}71\sqrt{d_1^2 - d_2^2},$$

где x_1 и x_2 — массовая доля компонента, определенная контрольным и спектральным методами, соответственно, %;

d_1 и d_2 — допускаемое расхождение результатов параллельных определений для контрольного и спектрального методов, соответственно, %.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.05.74 № 1299

Изменение № 3 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 8 от 12.10.95)

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. ВЗАМЕН ГОСТ 13348—67

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.315—97	Разд. 2	ГОСТ 1293.4—83	4.2
ГОСТ 8.326—89	Разд. 2	ГОСТ 1293.5—83	4.2
ГОСТ 12.1.003—83	1.1а.5	ГОСТ 1293.10—83	4.2
ГОСТ 12.1.030—81	1.1а.1	ГОСТ 1293.11—83	4.2
ГОСТ 12.1.050—86	1.1а.5	ГОСТ 1293.12—83	4.2
ГОСТ 12.2.007.0—75	1.1а.1	ГОСТ 2210—73	Разд. 2
ГОСТ 12.4.021—75	1.1а.2	ГОСТ 4160—74	Разд. 2
ГОСТ 83—79	Разд. 2	ГОСТ 4221—76	Разд. 2
ГОСТ 195—77	Разд. 2	ГОСТ 5644—75	Разд. 2
ГОСТ 244—76	Разд. 2	ГОСТ 6709—72	Разд. 2
ГОСТ 1292—81	1.1	ГОСТ 19627—74	Разд. 2
ГОСТ 1293.0—83	1.1а	ГОСТ 25086—87	1.2
ГОСТ 1293.1—83	4.2	ГОСТ 25664—83	Разд. 2
ГОСТ 1293.2—83	4.2	ТУ 6—43—1475—88	Разд. 2
ГОСТ 1293.3—83	4.2		

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

6. ИЗДАНИЕ (июль 2003 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1983 г., июне 1989 г., феврале 2001 г. (ИУС 12—83, 10—89, 5—2001)

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *Л.А.Кузнецова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 18.07.2003. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,57.
Тираж 149 экз. С 11285. Зак. 592.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http: //gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. “Московский печатник”, 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru