

СПЛАВЫ ЦИНК-АЛЮМИНИЕВЫЕ

СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД АНАЛИЗА

Издание официальное



БЗ 8—96

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Восточным научно-исследовательским горно-металлургическим институтом цветных металлов (ВНИИцветмет)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Казахстан

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 15 марта 1994 г. (Отчет № 1 МГС)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 19 июня 1996 г. № 389 межгосударственный стандарт ГОСТ 30082—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© 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 Общие требования	2
4 Требования безопасности	2
5 Аппаратура, материалы, реактивы	3
6 Подготовка к анализу	3
7 Проведение анализа	3
8 Обработка результатов	4

СПЛАВЫ ЦИНК-АЛЮМИНИЕВЫЕ

Спектральный метод анализа

Zinc-aluminium alloys.
Spectral method of analysis

Дата введения 1997—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на цинк-алюминиевые сплавы, предназначенные для горячего оцинкования стальной полосы, и устанавливает спектральный метод определения алюминия, свинца, кадмия, железа и меди в сплавах ЦА 03 и ЦА 04 при массовой доле определяемых элементов в процентах:

- алюминий — от 0,1 до 0,5;
- свинец » 0,06 » 0,5;
- кадмий » 0,004 » 0,04;
- железо » 0,005 » 0,02;
- медь » 0,0005 » 0,005.

Метод спектрального анализа основан на возбуждении спектра дуговым или искровым разрядом с фотографической или фотоэлектрической регистрацией эмиссионных спектральных линий определяемых элементов.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.001—80 ГСИ. Организация и порядок проведения государственных средств измерений

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

ГОСТ 8.326—89 ГСИ. Метрологическая аттестация средств измерений

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый безводный. Технические условия

ГОСТ 195—77 Натрий сернистоокислый безводный. Технические условия

ГОСТ 4160—74 Калий бромистый. Технические условия

ГОСТ 5644—75 Сульфит натрия безводный

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная

ГОСТ 17261—77 Цинк. Спектральный метод анализа

ГОСТ 19627—74 Гидрохинон (парадиоксибензол). Технические условия

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

ГОСТ 25664—83 Метол (4-метиламинофенол сульфат). Технические условия

ТУ 6—43—1475—88 Пластины фотографические спектрографические ПФС. Технические условия

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

3.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

3.2 Образцы проб поступают на анализ в виде стержней круглого сечения диаметром $(10 \pm 0,2)$ мм и длиной 50—100 мм или в виде цилиндров диаметром ~20 мм и высотой 10—20 мм.

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

3.3 Числовые значения результатов анализа округляют и выражают числом разрядов, равным числу разрядов соответствующего допускаемого расхождения.

3.4 Контроль правильности результатов анализа осуществляют по ГОСТ 25086. Частоту контроля правильности результатов анализа устанавливают с учетом стабильности градуировочных характеристик для каждого конкретного прибора.

Внеочередной контроль проводят после ремонта, профилактики прибора и других изменений условий анализа.

3.5 Используемые аналитические приборы должны пройти испытания в соответствии с ГОСТ 8.001 либо должны быть аттестованы согласно ГОСТ 8.326 или РД 50—674.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Требования безопасности — по ГОСТ 17261.

5 АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Комплект аппаратуры для эмиссионного спектрального анализа с фотографической или фотоэлектрической регистрацией спектра, обеспечивающей необходимую чувствительность.

Станок КП-35 или другие приспособления для обработки анализируемой поверхности СО и образцов проб.

Стандартные образцы, разработанные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Противоэлектроды, изготовленные из углей марки С-3 по ТУ 16—538—240—74.

Фотопластинки спектрографические ПФС-02, ПФС-03, НТ-2СВ по ТУ 6—43—1475.

Проявитель метол-гидрохиноновый следующего состава:

Метод по ГОСТ 25664, г	1,00±0,01
Гидрохинон по ГОСТ 19627, г	5,00±0,01
Сульфит натрия безводный по ГОСТ 195 или ГОСТ 5644, г	26,0±0,1
Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, г	20,0±0,1
Калий бромистый по ГОСТ 4160, г	1,00±0,01
Вода дистиллированная, по ГОСТ 6709, см ³ , до	1000
Фиксаж кислотный.	

6 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Анализируемую поверхность проб и СО тщательно обрабатывают на станке на полусферу (при фотографической регистрации спектров) или на плоскость (при фотоэлектрической регистрации спектров) и протирают спиртом. На обработанной поверхности анализируемых проб и СО не должно быть раковин, трещин, шлаковых и неметаллических включений и других дефектов.

7 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

7.1 Спектры СО и образцов проб, подготовленных к анализу, фотографируют на спектрографе в дуговом или искровом режиме. В качестве противоэлектродов для СО используют соответствующий образец, для проб — соответствующую пробу, заточенные на полусферу, при заточке на плоскость — угольный стержень, заточенный на усеченный конус с диаметром площадки ~ 1,5 мм.

7.1.1 Искровой режим

Генератор искры работает в мягком режиме: емкость 0,01 мкФ, индуктивность 0,55 мкГн, сила тока 1,5—2,0 А. Ширина щели спектрографа 0,015 мм, промежуточная диафрагма круглая. Обжиг в течение 60 с, экспозиция 30—35 с.

7.1.2 *Дуговой режим*

Дуга переменного тока силой 2,5—5 А. Ширина щели спектрографа 0,015—0,020 мм, экспозиция 30—60 с.

7.2 Для проведения анализа можно использовать прибор с фотоэлектрической регистрацией спектра, предварительно подобрав оптимальные условия возбуждения и регистрации спектров, позволяющие получить необходимую чувствительность и точность результатов анализа. В качестве противоэлектрода используют электрод, предлагаемый фирмой-изготовителем соответствующего прибора, или угольный стержень.

8 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

8.1 Рекомендуемые аналитические линии определяемых элементов и элемента сравнения — цинка (длины волн в нм):

Свинец I 283,3 или I 363,9 — цинк I 301,8 или I 307,5

Алюминий I 308,2

Кадмий I 361,0

Медь I 324,7

Железо I 358,1 (или II 259,9 в искровом режиме).

По измеренным значениям плотности почернений S аналитических линий определяемых элементов и элемента сравнения определяют разность почернений ΔS . Градуировочные графики строят в координатах $\Delta S - \lg C$, где ΔS — среднее арифметическое значение по трем спектрограммам;

C — аттестованное значение массовой доли определяемого элемента в СО.

8.2 При фотоэлектрической регистрации спектра можно использовать указанные аналитические линии определяемых элементов и линии сравнения или подобрать экспериментальным путем другие, дающие достаточную чувствительность и свободные от наложения мешающих линий.

Градуировочные графики в этом случае строят в координатах $n - \lg C$,

где n — показания выходного измерительного прибора, пропорциональные логарифму интенсивности линий определяемого элемента и элемента сравнения;

C — аттестованное значение массовой доли определяемого элемента в СО.

Для квантометров, в которых показания выходного прибора про-

порциональны относительной интенсивности спектральных линий, градуировочные графики строят в координатах $n - C$.

8.3 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений (из трех спектрограмм каждое), полученных на одной фотопластинке при фотографической регистрации, и среднее арифметическое результатов двух параллельных определений (из трех измерений каждое) при фотоэлектрической регистрации.

8.4 Допускаемые расхождения двух результатов параллельных определений (d) и допускаемые расхождения двух результатов анализа одной и той же пробы (D) при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать значения, указанные в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Абсолютные допускаемые расхождения

В процентах

Определяемый элемент	Массовая доля элементов	Расхождения двух результатов параллельных определений	Расхождения двух результатов анализа
Алюминий	0,10	0,03	0,03
	0,30	0,10	0,10
	0,50	0,17	0,17
Свинец	0,060	0,017	0,017
	0,10	0,03	0,03
	0,30	0,08	0,08
Кадмий	0,60	0,17	0,17
	0,0040	0,0006	0,0009
	0,010	0,002	0,002
Железо	0,020	0,003	0,004
	0,040	0,006	0,009
	0,0050	0,0013	0,0017
Медь	0,010	0,003	0,003
	0,020	0,005	0,007
	0,00050	0,00010	0,00017
	0,0010	0,0002	0,0003
	0,0020	0,0004	0,0007
	0,0050	0,0010	0,0017

Допускаемые расхождения для промежуточных массовых долей примесей рассчитывают методом линейной интерполяции или по формулам:

$$d = 0,28 \bar{C}, D = 0,28 \bar{C} \quad \text{— для свинца;}$$

$d = 0,14 \bar{C}, D = 0,28 \bar{\bar{C}}$ — для кадмия;

$d = 0,33 \bar{C}, D = 0,33 \bar{\bar{C}}$ — для алюминия;

$d = 0,19 \bar{C}, D = 0,33 \bar{\bar{C}}$ — для меди;

$d = 0,25 \bar{C}, D = 0,33 \bar{\bar{C}}$ — для железа,

где \bar{C} — среднее арифметическое двух результатов параллельных определений;

$\bar{\bar{C}}$ — среднее арифметическое двух результатов анализа одной и той же пробы.

УДК 669.55 + 543.062 + 001.8:006.354 ОКС 77.120 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: проект стандарта, сплавы цинк-алюминиевые, массовая доля, определяемые примеси, контроль правильности, повторяемость (сходимость), воспроизводимость, допускаемые расхождения, параллельное определение, результат анализа

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.10.96. Подписано в печать 10.12.96.
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд. л. 0,47. Тираж 254 экз. С4034. Зак. 588.

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