

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 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

Раствор *Б*; готовят следующим образом: 20 г окиси свинца растворяют без нагревания в 60—80 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:3. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

Типовые растворы кальция.

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, см ³ | | | | | Содержание элементов, % по массе |
|--------------------------------|---|---------|----|--------|----|----------------------------------|
| | окиси свинца | кальция | | натрия | | |
| | | А | А | Б | А | |
| 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, см ³ | | Содержание элементов, % по массе |
|--------------------------------|---|----------------|----------------------------------|
| | окиси свинца <i>Б</i> | цинка <i>Б</i> | |
| 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.

Т а б л и ц а 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 (C) в процентах вычисляют по формуле

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

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

$$K = \frac{\sum_i^i D_i}{\sum_i C_i}$$

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 $\lg D - \lg C$.

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

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

где \bar{X} — результат анализа, %;

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

$d_{\text{отн}}$ — 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.

Т а б л и ц а 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 (\bar{X}_1 и \bar{X}_2), выполненных в разное время, в разных лабораториях по данной методике, должны удовлетворять условию

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

где $d_{\text{отн}}$ — 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 $\delta \pm \frac{\delta_{\text{отн}}}{100} \cdot X$ (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.печл. 1,86.
Уч.-издл. 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