

ЦИНК

СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД АНАЛИЗА

Издание официальное

Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (отчет Технического секретариата № 1 от 15.03.94)

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т**ЦИНК**

Спектральный метод анализа

Zinc.

Spectral method of analysis

**ГОСТ
17261—77***Взамен
ГОСТ 17261—71

ОКСТУ 1709

Дата введения **01.01.79**

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

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения железа, кадмия, меди, олова, свинца и сурьмы в цинке марок ЦВ0, ЦВ1, ЦВ, Ц0А, Ц0, Ц1С, Ц1, Ц2, Ц2С, Ц3С, Ц3, алюминия в цинке марок ЦВ0, ЦВ, Ц0А, Ц0, Ц1, Ц2 по ГОСТ 3640—94 в следующем интервале массовых долей в процентах:

железа от 0,001 до 0,2;
кадмия от 0,001 до 0,4;
меди от 0,0005 до 0,1;
олова от 0,0007 до 0,05;
свинца от 0,002 до 3,0;
сурьмы от 0,01 до 0,4;
алюминия от 0,002 до 0,03.

В основу спектрального определения примесей в цинке положен метод «трех эталонов» с возбуждением спектра в дуге переменного тока силой 5 А.

При разногласии в оценке качества цинка применяют спектральный метод анализа.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Отбор проб производят по ГОСТ 3640—94.

Образцы готовят в виде литых стержней круглого сечения с диаметром 10 мм и длиной 50—100 мм.

От цинка в виде чушек среднюю пробу отбирают в виде стружки, расплавляют в предварительно разогретом тигле при 430—450 °С и отливают в изложницу в виде стержней указанных размеров.

1.1а. Общие требования — по ГОСТ 25086—87.

1.1а.1. Числовые значения результатов параллельных определений и результатов анализа должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения соответствующих допускаемых расхождений.

1.1а, 1.1а.1. (Измененная редакция, Изм. № 2).

1.1а.2. Контроль правильности выполнения анализов осуществляют по ГОСТ 25086—87 не реже одного раза в месяц, каждый раз при замене партии образцов сравнения, после ремонта установок, после длительных перерывов в работе и других изменений, влияющих на результат анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Издание (январь 2000 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в апреле 1983 г., мае 1988 г., ноябре 1998 г. (ИУС 7—83, 8—88, 2—99)

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 2000

1.2. Требования безопасности

1.2.1. Пробы цинка, поступившие на анализ, следует хранить в бумажных пакетах в шкафах или боксах, оборудованных вентиляцией.

1.2.2. При эксплуатации электроприборов и электроустановок в процессе спектрального анализа необходимо соблюдать правила технической эксплуатации электроустановок потребителей и правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденные Госэнергонадзором, а также требования ГОСТ 12.3.019—80, ГОСТ 12.1.038—82.

Все приборы должны быть снабжены устройствами для заземления — по ГОСТ 12.2.007.0—75 и ГОСТ 21130—75. Заземление должно соответствовать требованиям правил устройства электроустановок, утвержденным Госэнергонадзором, и ГОСТ 12.1.018—93, ГОСТ 12.1.030—81.

1.2.3. Для предотвращения попадания в воздух рабочей зоны озона, оксидов азота, аэрозолей металлов и их оксидов, металлов, выделяющихся в источниках возбуждения спектров и вредно действующих на организм работающего, в количествах, превышающих предельно допустимые концентрации, а также для защиты от электромагнитных излучений и предотвращения ожога ультрафиолетовыми лучами каждый источник возбуждения спектров должен помещаться внутри приспособления, оборудованного встроенным вытяжным воздухоприемником и защитным экраном по ГОСТ 12.1.010—76.

1.2.2, 1.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1.2.3.1. Предельно допустимая концентрация окиси цинка в воздухе рабочей зоны производственных помещений составляет 0,5 мг/м³.

1.2.3.2. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны должен осуществляться согласно ГОСТ 12.1.005—88. Анализы проб воздуха на содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны должны осуществляться по методикам определения вредных веществ в воздухе, утвержденным Минздравом, разработанным согласно ГОСТ 12.1.016—79.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1.2.4. Пробы цинка, оставшиеся от анализа, должны возвращаться изготовителю (заказчику).

1.2.5. Лаборатория спектрального анализа должна иметь общую приточно-вытяжную вентиляцию в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021—75.

1.2.5.1. Помещение лаборатории должно быть оборудовано согласно требованиям пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004—91.

1.2.5.2. Помещение лаборатории должно иметь огнетушители и ящик для песка в соответствии с ГОСТ 12.4.009—83.

1.2.5.3. Работающие в спектральной лаборатории должны быть обеспечены бытовыми помещениями в соответствии с СНиП 2.09.04—87.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1.2.6. При анализе цинка все работы необходимо выполнять в сухой исправной спецодежде и защитных средствах (халаты по ГОСТ 12.4.131—83, очки защитные по ГОСТ 12.4.013—85*, респираторы по ГОСТ 12.4.028—76) согласно типовым отраслевым нормам бесплатной выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений рабочим и служащим предприятий цветной металлургии, утвержденным Государственным комитетом по труду и социальным вопросам.

1.2.7. Работающих в спектральной лаборатории должны обеспечивать молоком или заменяющим его продуктом согласно правилам бесплатной выдачи молока или других равноценных пищевых продуктов рабочим и служащим, занятым в производствах, цехах, на участках и других подразделениях с вредными условиями труда, утвержденным Государственным комитетом по труду и социальным вопросам.

1.2.7.1. На работу в спектральные лаборатории допускаются лица, обученные правилам безопасной работы в лабораториях по ГОСТ 12.0.004-90.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии, позволяющий за одну экспозицию получить спектр от 230 до 380 нм, или дифракционный типа ДФС-8 с трехлинзовой системой освещения щели и трехступенчатым ослабителем. Допускается использовать приборы с фотоэлектрической регистрацией спектра.

Генератор активизированной дуги переменного тока.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.4.013—97.

Микрофотометр любого типа, позволяющий измерять плотность почернения аналитических линий.

Электропечь лабораторная, шахтная для сплавления цинковой стружки, позволяющая получать температуру до 500 °С.

Изложница для отливки электродов круглого сечения диаметром 10 мм и длиной 50—100 мм, изготовленная из чугуна, стали и графита.

Тигли графитовые, графито-шамотные и шамотные.

Напильники № 3 и 4 по ГОСТ 1465—80.

Круг шлифовальный вращающийся по ГОСТ 2424—83 или станок КП-35 для заточки электродов.

Фотопластинки спектрографические, типа П, чувствительностью 13—15 единиц или типа ЭС, чувствительностью 10 единиц, ПФС-02, ПФС-03, НТ-2СВ по ТУ 6—43—1475—88.

Проявитель метолгидрохиноновый; готовят следующим образом: смешивают растворы 1 и 2 в соотношении 1:2.

Р а с т в о р 1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72 — до 1 дм³;

калий углекислый (поташ) по ГОСТ 4221—76 — 60 г.

Р а с т в о р 2.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72 — до 2 дм³;

метол по ГОСТ 25664—83 — 6 г;

гидрохинон по ГОСТ 19627—74 — 15 г;

натрий сернистокислый (сульфит натрия) безводный по ГОСТ 195—77 — 90 г;

калий бромистый по ГОСТ 4160—74 — 6 г.

Допускается применение других контрастно работающих проявителей, состав которых указан в НТД на изготовление.

Фиксаж кислый.

Время проявления фотопластинок 3—5 мин при 18 °С.

Стандартные образцы цинка, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315—97.

П р и м е ч а н и е. Допускается применение других приборов и установок с использованием различных источников возбуждения, других фотопластинок, в том числе импортного производства, обеспечивающих получение метрологических характеристик, не уступающих регламентированному настоящим стандартом.

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

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Пробы и стандартные образцы, имеющие вид электродов, затачивают на «крышу» (затачивают с двух сторон под углом в 45° с последующей заточкой верхней части электрода на горизонтальную прямоугольную площадку шириной 2—2,5 мм) и укрепляют в штативе таким образом, чтобы избежать экранирования разряда. Допускается заточка обоих электродов на полушару или нижнего на плоскость, а верхнего на полусферу.

При выполнении анализа на приборах с фотоэлектрической регистрацией спектра допускается использование проб, стандартных образцов иной формы и иного размера.

На торцевой поверхности электродов не должно быть заметных на глаз царапин, раковин и других дефектов.

Расстояние между электродами 2—3 мм.

Источник возбуждения спектров — дуга переменного тока силой 5 А.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

3.2. Спектры фотографируют на кварцевом спектрографе средней дисперсии или дифракционном типа ДФС-8 (первый порядок, 600 штр/мм). Ширина щели спектрографа 0,015—0,020 мм, перед щелью устанавливается трехступенчатый ослабитель. Используют трехлинзовую или другие системы освещения щели. Промежуточная диафрагма — круглая.

При использовании приборов с фотоэлектрической регистрацией спектра, необходимо предварительно подобрать оптимальные условия возбуждения спектров, позволяющих получить необходимую чувствительность и точность результатов анализа.

Время экспонирования 20—40 с в зависимости от чувствительности фотопластинки.

Для определения содержания примесей в цинке используют пары линий, указанные в табл. 1.

Линии примесей, нм	Линии сравнения, Zn, нм	Диапазон массовых долей, %
Cu 324,75 282,44	271,25 или 301,84	0,0005—0,01 0,01—0,1
Fe 358,12 299,45 или 259,96	271,25 или 301,84	0,001—0,06 0,01—0,2
Cd 361,05 326,11	271,25 или 301,84	0,001—0,02 0,01—0,4
Pb 283,31 или 363,96 282,32	271,25 или 301,84	0,002—0,05 0,01—3,0
Sn 283,99 или 235,48 или 317,5	271,25	0,0007—0,05
Sb 287,79 или 231,15	271,25	0,01—0,4
Al 308,21 или 309,2	271,25	0,002—0,03

Примечание. Допускается применение других свободных от наложения аналитических линий, обеспечивающих метрологические характеристики результатов анализа, нормированные в стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. По два спектра стандартных образцов и по четыре спектра пробы фотографируют на одной фотопластинке. При помощи микрофотометра измеряют почернения аналитической линии определяемого элемента (S_x) и линии сравнения (S_{Zn}) и вычисляют разность $\Delta S = S_x - S_{Zn}$. По результатам фотометрирования стандартных образцов строят градуировочные графики для каждой определяемой примеси в координатах $\Delta S - \lg C$.

При этом по оси ординат откладывают разности почернений линии примесей и линии сравнения, а по оси абсцисс — логарифмы концентраций соответствующих примесей в стандартных образцах.

По вычисленным значениям $\Delta S_{ср1} = \frac{\Delta S_1 + \Delta S_2}{2}$ и $\Delta S_{ср2} = \frac{\Delta S_3 + \Delta S_4}{2}$ по графику определяют массовую долю примесей в пробе. Получают результаты двух параллельных определений.

Допускается для построения градуировочных графиков использовать полулогарифмическую бумагу и строить графики в координатах $\Delta S - C$.

При фотоэлектрической регистрации спектра градуировочные графики строят в координатах $I - \lg C$,

где C — массовая доля примеси в образце сравнения;

I — показания выходного измерительного прибора, пропорциональные логарифму интенсивности линий определяемого элемента и линий сравнения.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, полученных на одной фотопластинке по двум спектрограммам каждый, при фотографической регистрации спектра и среднее арифметическое результатов двух параллельных определений (из трех измерений каждое) при фотоэлектрической регистрации.

Абсолютные значения разностей двух параллельных определений (показатель повторяемости — d) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости — D) с доверительной вероятностью 0,95 не должен превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 2.

Абсолютные допускаемые расхождения
В процентах

Определяемый элемент	Массовая доля элемента	d	D
Железо	0,0010	0,0002	0,0003
	0,0020	0,0004	0,0006
	0,0040	0,0008	0,0011
	0,0080	0,0018	0,0022
	0,010	0,002	0,003
	0,020	0,004	0,006
	0,040	0,009	0,011
	0,080	0,018	0,022
	0,20	0,04	0,06
Кадмий	0,0010	0,0002	0,0003
	0,0020	0,0004	0,0006
	0,0040	0,0008	0,0011
	0,0080	0,0018	0,0022
	0,010	0,002	0,003
	0,020	0,004	0,006
	0,040	0,008	0,011
	0,080	0,018	0,022
	0,10	0,02	0,03
	0,20	0,04	0,06
	0,30	0,07	0,08
	0,40	0,09	0,11
Медь	0,00050	0,00011	0,00014
	0,0010	0,0002	0,0003
	0,0020	0,0004	0,0006
	0,0040	0,0008	0,0011
	0,0080	0,0018	0,0022
	0,010	0,002	0,003
	0,020	0,004	0,006
	0,040	0,009	0,011
	0,080	0,018	0,022
	0,10	0,02	0,03
Олово	0,00070	0,00015	0,00019
	0,0010	0,0002	0,0003
	0,0020	0,0004	0,0006
	0,0040	0,0008	0,0011
	0,0080	0,0018	0,0022
	0,010	0,002	0,003
	0,020	0,004	0,006
	0,050	0,011	0,014
Сурьма	0,010	0,002	0,003
	0,020	0,004	0,006
	0,040	0,009	0,011
	0,080	0,018	0,022
	0,10	0,02	0,03
	0,20	0,04	0,06
	0,40	0,09	0,11
Свинец	0,0020	0,0003	0,0004
	0,0030	0,0004	0,0006
	0,0040	0,0006	0,0008
	0,0080	0,0011	0,0015
	0,010	0,001	0,002
	0,020	0,003	0,004
	0,040	0,006	0,008

В процентах

Определяемый элемент	Массовая доля элемента	d	D
Свинец	0,080	0,011	0,015
	0,10	0,01	0,02
	0,20	0,03	0,04
	0,30	0,03	0,04
	0,60	0,07	0,08
	1,00	0,11	0,14
	2,00	0,22	0,30
	3,00	0,33	0,42
Алюминий	0,0020	0,0006	0,0006
	0,0050	0,0014	0,0015
	0,010	0,003	0,003
	0,020	0,006	0,006

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

$d = 0,22 \bar{c}$, $D = 0,28 \bar{\bar{c}}$ — для железа, меди, кадмия, олова, сурьмы;

$d = 0,14 \bar{c}$, $D = 0,19 \bar{\bar{c}}$ — для свинца в диапазоне массовых долей от 0,002 % до 0,2 %;

$d = 0,11 \bar{c}$, $D = 0,14 \bar{\bar{c}}$ — для свинца в диапазоне массовых долей от 0,3 % до 3,0 %;

$d = 0,28 \bar{c}$, $D = 0,30 \bar{\bar{c}}$ — для алюминия,

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

$\bar{\bar{c}}$ — среднее арифметическое результатов двух анализов.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *С.В. Рабовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 21.01.2000. Подписано в печать 09.03.2000. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,70.
Тираж 129 экз. С 4696. Зак. 207.

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