УДК 669.3:543.42:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МЕДЬ

Метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотографической регистрацией спектра

ГОСТ 9717.2—82

Copper. Method of spectral analysis of metal standart specimens with photographic registration of spectrum

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.83

Настоящий стандарт устанавливает метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам (СО) с фотографической регистрацией спектра в меди по ГОСТ 859.

Метод основан на возбуждении спектра металлических образцов дуговым разрядом переменного или постоянного тока с последующей его фотографической регистрацией.

Метод позволяет определять содержание примесей в меди в интервале массовых долей:

Определяемый элемент	Массовая доля, %
Сурьма	0,0005—0,06
Мышьяк	0,0004—0,07
Магний	0,0003—0,007
Олово	0,0003—0,07
Кремний	0,0005—0,007
Висмут	0,0001—0,01
Серебро	0,001 —0,005
Никель	0,0005—0,3
Железо	0,0005—0,08
Марганец	0,0001—0,01
Свинец	0,0004—0,06
Хром	0,002 —0,05
Цинк	0,0007—0,06.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

Метод характеризуется относительным стандартным отклонением S_r единичного измерения, приведенным в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Значения S_r для диапазонов массовых долей, %						
	0,0001—0,0003	0,0003—0,001	0,001—0,003	0,003—0,01	0,01—0,03	0,03—0,1	Свыше 0,1
Сурьма	—	0,20	0,18	0,15	0,10	0,10	
Мышьяк	—	0,20	0,17	0,15	0,10	0,10	—
Магний	—	0,15	0,12	0,10	—	—	—
Олово	—	0,20	0,16	0,10	0,10	0,10	—
Кремний	—	0,25	0,25	0,20	—	—	—
Висмут	0,15	0,12	0,10	0,10	—	—	—
Серебро		—	0,10	0,10	—	—	—
Никель	—	0,20	0,15	0,10	0,10	0,10	—
Железо	—	0,15	0,12	0,10	0,10	0,10	—
Марганец	0,15	0,10	0,10	0,10	—	—	—
Свинец	—	0,15	0,14	0,10	0,10	0,10	—
Хром	—	—	0,15	0,15	0,10	0,10	—
Цинк	—	0,12	0,10	0,10	0,10	0,10	—

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086 и ГОСТ 9717.1.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РАСТВОРЫ

Спектрограф со средней или большой разрешающей способностью для фотографирования ультрафиолетовой области спектра (ИСП-30, СТЭ-1 и других типов).

Источник постоянного тока для питания дуги, обеспечивающий напряжение 200—400 В и силу тока до 10 А.

Источник переменного тока (генератор ГЭУ-1 со штативом типа ШТ-16, ДГ-2 со штативом типа ШТ-16, ДГ-2 со штативом типа ШТ-9, ИВС-21 и ИВС-28).

Микрофотометр МФ2 или ИФО-460.

Спектропроектор ПС-18 или другого типа.

Приспособление для заточки медных электродов, станок модели КП-35.

Фотопластинки спектрографические.

Метол (пара-метиламинофенолсульфат) по ГОСТ 25664.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627.

Натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Натрий тиосульфат кристаллический по ГОСТ 244.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 разбавленная 1:10.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300. Расход спирта на одно определение 10 г.

Стандартные образцы состава меди для спектрального анализа.

Проявитель для фотопластинок спектральных типов 1, 2, «Микро» и ЭС готовят смешиванием равных объемов растворов 1 и 2 перед применением.

Раствор 1: 2,5 г метола, 12 г гидрохинона и 100 г сернистокислого натрия растворяют в 500 700 $см^3$ воды и доливают водой до 1 $дм^3$.

Раствор 2. 100 г углекислого натрия и 7 г бромистого калия растворяют в 500—700 $см^3$ воды и доливают водой до 1 $дм^3$; допускается применение и других контрастных проявителей.

Фиксажный раствор: 300 г тиосульфата натрия, 25 г сернистокислого натрия и 8 $см^3$ уксусной кислоты растворяют в 1 $дм^3$ дистиллированной воды; допускается применение и других фиксажных растворов.

Допускается применение другой аппаратуры, оборудования и материалов при условии обеспечения метрологических характеристик анализов, не хуже предусмотренных настоящим стандартом.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Анализируемые пробы и стандартные образцы готовят в виде стержней диаметром 7—8 мм, длиной от 30 до 60 мм по два стержня от каждого анализируемого образца. Концы стержней затачивают на полусферу или усеченный конус диаметром 1,5—1,7 мм, протравливают для очистки от поверхностных загрязнений в азотной кислоте, разбавленной 1:10, промывают водой, спиртом и высушивают.

Масса стержней, спектры которых фотографируют на одной фотопластинке, не должна различаться более чем на 1 г.

Допускается изготовление стержней указанного размера из стружки, порошка и др., путем сплавления при температуре (1225±25)°С в графитовых тиглях необходимого диаметра. Сплав выдерживают в расплавленном состоянии не более 1 мин, затем тигли помещают в холодную воду и быстро охлаждают.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1 Пробу или СО зажимают в верхнем и нижнем зажимах штатива.

Между концами электродов, раздвинутыми на 1,5—2,5 мм, зажигают дугу постоянного или переменного тока силой 6—9 А. При определении содержания серебра применяют дугу переменного тока силой 4 А.

Межэлектродный промежуток устанавливают по шаблону или микрометрическим винтом. Длину дуги и положение источника на оптической оси контролируют с помощью проекционной линзы и экрана, установленных вне участка от источника до щели. Допускается также применять любую другую систему освещения, которая обеспечивает равномерную интенсивность линии в фокальной плоскости прибора.

Спектры фотографируют с помощью спектрографа с кварцевой оптикой средней дисперсии типа ИСП-30 или с помощью дифракционного спектрографа типа СТЭ-1 и др. В зависимости от типа спектрографа ширина щели варьируется от 0,007 до 0,015 мм.

С целью обеспечения нормальной оптической плотности аналитических линий и фона допускается применять фотопластинки различной чувствительности, однако, минимальная измеряемая оптическая плотность фона должна составлять не менее 0,25.

Время экспозиции и расстояние от источника света до щели спектрографа подбирают в зависимости от чувствительности используемых фотопластинок, обеспечивая нормальную плотность фона непрерывного спектра. Увеличение плотности фона за счет вуали, засвечивания и т. п. не допускается.

Время предварительного обжига составляет 10—15 с. Время экспозиции — не менее 20 с.

Для каждой пробы или СО фотографируют не менее двух спектрограмм.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Обработка фотопластинок

Проявляют фотопластинки в проявителе, фиксируют в фиксажном растворе, промывают в проточной воде и высушивают.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Оптические плотности аналитических линий и линий сравнения в спектрограммах измеряют с помощью микрофотометра.

Длины волн аналитических линий и линий сравнения, а также диапазоны массовых долей элементов для спектрографа типа ИСП-30 приведены в табл. 2, для дифракционного спектрографа типа СТЭ-1 — в табл. 3.

Таблица 2

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Место измерения плотности фона	Массовая доля, %
Сурьма	259,806	Фон 0	0,001 — 0,01
Сурьма	261,230	Фон 1	0,01 — 0,06
Мышьяк	234,984	Фон 2	0,0006 — 0,01
Мышьяк	286,045	Фон 1	0,01 — 0,07
Магний	277,983	Фон 1	0,001 — 0,007
Олово	283,999	Фон 1	0,001 — 0,01
Олово	281,352	Фон 3	0,01 — 0,07
Кремний	288,158	Фон 1	0,001 — 0,007
Висмут	306,772	Фон 1	0,0005 — 0,01
Серебро	338,289	Медь 338,142	0,001 — 0,005
Никель	305,082	Фон 1	0,001 — 0,06
Никель	282,129	Фон 1	0,06 — 0,3
Железо	296,690	Фон 1	0,002 — 0,08
Железо	358,119	Фон 1	0,0005 — 0,005
Марганец	279,482	Фон 1	0,0003 — 0,01
Свинец	283,307	Фон 4	0,001 — 0,01
Свинец	287,332	Фон 5	0,01 — 0,06
Хром	283,563	Фон 1	0,003 — 0,05
Цинк	334,502	Фон 3	0,002 — 0,06

Примечание. Фон 1 — минимальное значение оптической плотности фона, измеряемое рядом с аналитической линией со стороны более коротких волн.

Фон 0 — фон 259,715 нм. Максимум на расстоянии 0,09 мм от линии сурьмы 259,806 нм в сторону коротких волн.

Фон 2 — оптическая плотность слабой молекулярной линии 235,08 нм, которая при расчетах принимается за плотность фона.

Фон 3 — минимальное значение оптической плотности фона, измеряемое рядом с аналитической линией со стороны более длинных волн.

Фон 4 — максимальное значение оптической плотности фона, измеряемое на расстоянии 0,13 мм от линии свинца 283,307 нм в сторону длинных волн.

Фон 5 — минимальное значение оптической плотности фона, измеряемое между линиями меди 288,29 и 288,53 нм.

Таблица 3

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Место измерения плотности фона	Массовая доля, %
Сурьма	261,230	Фон 1	0,01 — 0,06
Сурьма	259,806	Фон 2	0,0005 — 0,006
Железо	300,957	Фон 1	0,004 — 0,01
Железо	259,837	Фон 1	0,0005 — 0,006
Свинец	283,307	Фон 1	0,0004 — 0,002
Свинец	287,332	Фон 3	0,002 — 0,06
Олово	283,999	Фон 1	0,0003 — 0,005
Олово	281,352	Фон 3	0,005 — 0,07
Марганец	260,569	Фон 1	0,0001 — 0,01
Мышьяк	234,984	Фон 4	0,0004 — 0,005
Мышьяк	286,045	Фон 1	0,005 — 0,07
Никель	306,462	Фон 1	0,01 — 0,06
Никель	305,082	Фон 1	0,0005 — 0,01
Никель	282,129	Фон 1	0,06 — 0,3
Висмут	289,797	Фон 1	0,001 — 0,01
Висмут	306,772	Фон 1	0,0001 — 0,001
Магний	277,983	Фон 1	0,0003 — 0,007
Цинк	334,502	Фон 3	0,0007 — 0,01
Цинк	334,502	Медь 335,447	0,01 — 0,06
Кремний	251,612	Медь 262,7	0,0005 — 0,007
Серебро	338,289	Медь 338,142	0,001 — 0,005

Примечание. Фон 1 — минимальное значение оптической плотности фона, измеряемое рядом с аналитической линией со стороны более коротких волн.

Фон 2 — фон 259,715 нм.

Фон 3 — минимальное значение оптической плотности фона, измеряемое рядом с аналитической линией со стороны длинных волн.

Фон 4 — оптимальная плотность слабой молекулярной линии 235,08 нм, которая при расчетах принимается за плотность фона.

Допускается применение других аналитических линий и линий сравнения при условии, что они обеспечивают метрологические характеристики и нижние границы определяемых массовых долей элементов, отвечающие требованиям настоящего стандарта.

Градуировочные графики строят в координатах:

$$\lg\frac{I_{\text{л}}}{I_{\text{ф}}} - \lg C \quad \text{или} \quad \Delta S - \lg C,$$

где $\frac{I_{\text{л}}}{I_{\text{ф}}}$ — относительная интенсивность линии определяемого элемента и линии сравнения (фона);

ΔS — разность оптических плотностей линии определяемого элемента и линии сравнения (медь);

C — массовая доля определяемого элемента в СО.

Основной метод для построения графиков — метод «трех эталонов»; допускается применение других методов построения графика, например, метод твердого градуировочного графика, метод контрольного эталона и т. д.

Массовую долю определяемых содержаний элементов находят по градуировочному графику по значению $\lg\frac{I_{\text{л}}}{I_{\text{ф}}}$, найденному в таблице приложения по ΔS, вычисленной по трем (двум) спектрограммам.

5.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если расхождение между ними при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не превышает величины, рассчитанной по формуле

$$d_{\text{к}} = 2{,}77\,\overline{X}\cdot S_r,$$

где $\overline{X}$ — среднее арифметическое двух параллельных определений, %;

S_r — относительное стандартное отклонение.

Если расхождение превышает d_n, анализ повторяют из новых навесок той же пробы. В случае повторного расхождения анализируют новую пробу.

5.1, 5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

5.3. Воспроизводимость результатов первичного и повторного анализов считают удовлетворительной, если расхождение результатов двух анализов не превышает величины, рассчитанной по формуле

$$D = 1{,}41 d_n .$$

5.4. Контроль точности результатов анализа по ГОСТ 25086 по стандартным образцам состава меди не реже одного раза в квартал.

5.3, 5.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

РАЗРАБОТЧИКИ

А. М. Рытиков, А. А. Немодрук, М. В. Таубкин, М. П. Бурмистров, И. А. Воробьева

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.03.82 № 1199**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 9717.2—75**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	Разд.2
ГОСТ 83—79	Разд.2
ГОСТ 195—77	Разд.2
ГОСТ 244—76	Разд.2
ГОСТ 859—78	Вводная часть
ГОСТ 4160—74	Разд.2
ГОСТ 4461—77	Разд.2
ГОСТ 6709—72	Разд.2
ГОСТ 9717.1—82	1.1
ГОСТ 18300—87	Разд.2
ГОСТ 19627—74	Разд.2
ГОСТ 25086—87	1.1
ГОСТ 25664—83	Разд.2

5. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 03.11.92 № 1481**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1987 г. и ноябре 1992 г. (ИУС 2—88, 2—93)**