

Изменение № 1 ГОСТ 1293.14—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Спектральный метод определения натрия, кальция и магния

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.06.89 № 1733

Дата введения 01.01.90

Заменить код: ОКСТУ 1725 на ОКСТУ 1709.

Вводная часть. Второй абзац. Заменить слово: «азотнокислую» на «серноокислую».

Пункт 1.2 после слова «применяют» дополнить словами: «дополнительно перегретую в кварцевом аппарате, свежеприготовленную».

Пункт 1.4. Первый абзац после слов «методом добавок» дополнить словами: «или другим методом»;

второй абзац. Формула. Заменить коэффициент: 0,50 на 0,71.

Раздел 3. Первый абзац после обозначения ИСП-30 дополнить словами: «и дифракционный типа ДФС-8»;

второй абзац. Заменить обозначение: ДГ-2 на ИВС-28;

дополнить абзацем: «Источник постоянного тока»;

четвертый абзац дополнить словами: «с погрешностью взвешивания не более 0,001 г»;

пятый абзац исключить;

заменить слова: «марки С-2, С-3» на «особой чистоты или С-3»; «3×3 мм и толщиной стенок 0,8 мм» на «4×4 и 4×8 мм»; «диаметров» на «диаметром»; «типов II» на «типов I»; «Магния окись» на «Магния оксид».

Раздел 3 дополнить абзацами: «Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262—78.

Электронепч муфельная с терморегулятором до 600 °С.

Аппарат кварцевый для перегонки воды».

Пункт 4.1. Заменить слова: «градуировочный образец» на «образец сравнения» (4 раза);

первый абзац. Заменить слова: «и упаривают до прекращения выделения окислов азота» на «осаждают сульфат свинца постепенным добавлением 5—7 см³ серной кислоты. Раствор осторожно выпаривают, осадок высушивают, прокаливают в муфельной печи при 500 °С в течение 1 ч»;

второй абзац после слова «натрия» дополнить словами: «в расчете на сплав».

Пункт 4.2. Заменить слова: «и упаривают» на «осаждают в виде сульфата, выпаривают и прокаливают».

Пункт 4.3 изложить в новой редакции: «4.3. Каждый из приготовленных образцов смешивают с порошковым графитом в соотношении 1:1 (по массе). Образцы сравнения хранят в плотно закрытых баночках из полиэтилена».

Пункт 5.1. Заменить слова: «и высушивают» на «осаждают в виде сульфата, выпаривают и прокаливают»; «смешивают с буфером» на «смешивают с порошковым графитом»;

дополнить абзацем: «Для получения результата анализа от каждой пробы отбирают по две навески и на фотопластинку фотографируют по три спектра от каждого из группы образцов и по шесть спектров от каждой пробы (по три спектра от навески)».

Пункты 5.2, 5.3, 6.1, 6.2 изложить в новой редакции: «5.2. При определении кальция, натрия, магния от образцов сравнения, проб отбирают навески массой по 30 мг, помещают в кратеры угольных электродов размером 4×4 мм при определении кальция, магния и 4×8 мм при определении натрия и сжигают в дуге постоянного тока силой 15 А. Время экспозиции для кальция, магния 100 с, для натрия — 60 с. Расстояние между электродами 3 мм.

Определение кальция, магния проводят на кварцевом спектрографе типа ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели. На щели прибора устанавливают трехступенчатый ослабитель. Ширина щели 0,013 мм.

(Продолжение см. с. 70)

Определение натрия проводят на спектрографе ДФС-8 с трехлинзовой системой освещения щели. Ширина щели 0,01 мм.

Спектры фотографируют на фотопластинки спектрографические типа 1 при определении магния и «панхром» — при определении кальция и натрия.

5.3. Для построения градуировочных графиков используют следующие пары линий, нм:

магний 279,5 — свинец 311,8
кальций 393,3 или 396,8 — фон
натрий 588,9 — свинец 500,5.

6.1. Спектры анализируемых проб и образцов сравнения фотографируют на одной и той же пластинке по шесть и три раза соответственно. Почернение аналитической линии (S_d), линии сравнения (S_{cp}) измеряют на микрофотометре. Градуировочные графики строят в координатах $\Delta S - \lg C$, где ΔS — среднее трех значений $S_d - S_{cp}$, C — известная массовая доля определяемой примеси в образцах сравнения в процентах.

По полученным значениям ΔS по графикам определяют массовые доли примесей в анализируемых пробах. При определении кальция измеряют почернения аналитической линии (S_{d+cp}) и фона около линии (S_{cp}). Градуировочный график строят в координатах $\Delta S - \lg C$, где ΔS — среднее значение $S_{d+cp} - S_{cp}$. По полученным значениям ΔS по графику определяют массовую долю кальция в анализируемых пробах.

6.2. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, полученных на одной фотопластинке, каждое из трех спектрограмм. Расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$d = S_{cx} \cdot \bar{x} Q(P, n),$$

где S_{cx} — относительное среднее квадратическое отклонение результатов параллельных определений, равное: для натрия — 0,09; кальция — 0,07; магния — 0,06;

\bar{x} — среднее арифметическое результатов параллельных определений, %;
 $Q(P, n)$ — критическое значение размаха выборки нормальной совокупности, равное 2,77 при $P=0,95$ и $n=2$.

Расхождения двух результатов анализа одной и той же пробы (D — показатель воспроизводимости) при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$D = Sb \cdot Q(P, n) \bar{x}',$$

где Sb — относительное среднее квадратическое отклонение двух результатов анализа одной и той же пробы, равное: для натрия — 0,1; кальция — 0,09; магния — 0,06;

\bar{x}' — среднее арифметическое двух результатов анализа, %.

(ИУС № 10 1989 г.)