

ГОСТ 23328-95

Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

Методы спектрального анализа

Zinc alloys. Methods of spectral analysis

ОКС 77.120\*

ОКП 17 2140

---

\* В указателе "Национальные стандарты" 2007 г.  
ОКС 77.120.60. - Примечание изготовителя базы данных.

Дата введения 1997-01-01

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Донецким государственным институтом цветных металлов (ДониЦМ), (МТК 107)

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 26 апреля 1995 г. (протокол N 7 МГС)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Молдавия	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 19 июня 1996 г. N 409 межгосударственный стандарт ГОСТ 23328-95 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 23328-78

## 1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает атомно-эмиссионный метод определения содержания приведенных в таблице 1 элементов в пробах цинковых литейных и антифрикционных сплавов.

Таблица 1

Определяемый элемент	Диапазон массовых долей элементов, %				
Алюминий	От	3	до	13	включ.
Медь	Св.	0,01	"	6	"
Магний	"	0,01	"	0,1	"
Свинец	"	0,001	"	0,1	"
Железо	"	0,01	"	0,2	"
Олово	"	0,001	"	0,02	"
Кадмий	"	0,001	"	0,02	"
Кремний	"	0,01	"	0,04	"

## 2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:  
ГОСТ 8.315-91 ГСИ Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения\*

\* Действует [ГОСТ 8.315-97](#), здесь и далее по тексту. - Примечание изготовителя базы данных.

[ГОСТ 10157-79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия](#)  
[ГОСТ 24231-80 Цветные металлы и сплавы. Общие требования к отбору и подготовке проб для химического анализа](#)

[ГОСТ 25086-87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа](#)

## 3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на возбуждении излучения атомов пробы анализируемого сплава электрическим разрядом, разложении излучения в спектр, регистрации аналитических сигналов, пропорциональных интенсивности спектральных линий и последующем определении значений массовой доли с помощью градуировочных характеристик.

## 4 АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

Фотоэлектрические атомно-эмиссионные спектрометры.

Аргон газообразный первого и высшего сортов - по [ГОСТ 10157](#).

Очиститель для сушки и очистки аргона.

Кондиционеры, обеспечивающие постоянную температуру и влажность.

Станок токарный или другое оборудование для подготовки пробы к анализу.

Электроды вольфрамовые в виде прутков диаметром 1-6 мм и угли спектральные марки G3 диаметром 6 мм.

Стандартные образцы (СО) - по [ГОСТ 8.315](#).

Допускается применение другой аппаратуры и материалов, обеспечивающих точность результатов анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

## 5 ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

5.1 Общие требования - по [ГОСТ 25086](#).

5.2 Отбор и подготовку проб к анализу проводят в соответствии с [ГОСТ 24231](#) и нормативно-технической документацией, регламентирующей требования к качеству литейных или антифрикционных цинковых сплавов.

5.3 Анализируемую поверхность пробы затачивают на токарном станке. Заточенная плоскость пробы должна быть ровной, гладкой, без усадочной раковины, пор, трещин, шлаковых и неметаллических включений. Подготовка анализируемой поверхности проводят непосредственно перед анализом.

5.4 Подготовка спектрометра к выполнению измерений проводят согласно инструкции по эксплуатации.

5.5 Градуирование спектрометра осуществляют по СО состава цинковых сплавов. Обработка анализируемой поверхности СО и пробы должна быть идентичной.

5.6 Градуировочные характеристики, установленные с учетом влияния химического состава и физико-химических свойств СО и анализируемой пробы, выражают в виде уравнения связи, графиков или таблиц.

Допускается использование градуировочных характеристик с введением поправок, корректирующих влияние химического состава.

Для спектрометров, сопряженных с ЭВМ, процедура градуировки определяется программным обеспечением.

## 6 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 Условия проведения анализа приведены в приложении А.

6.2 Длины волн спектральных линий и диапазон значений массовых долей элементов приведены в приложении А.

6.3 Допускается применение других условий проведения анализа и спектральных линий, обеспечивающих точность анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

6.4 Анализ пробы выполняют в двух параллельных определениях. За результат параллельного определения принимают результат регистрации аналитического сигнала, выраженного в единицах массовой доли элемента.

Допускается выполнение трех параллельных определений.

6.5 Расхождение между результатами параллельных определений аналитического сигнала, выраженного в единицах массовой доли элемента, не должно превышать допускаемое при доверительной вероятности 0,95.

Допускаемое расхождение  $d$  рассчитывают по формуле

$$d = Q \cdot S_r \cdot X, \quad (1)$$

где  $Q = 2,77$  или  $3,31$  - критическое значение отношения размаха результатов двух или трех параллельных определений соответственно к среднему квадратическому отклонению при доверительной вероятности 0,95;

$S_r$  - относительное среднее квадратическое отклонение, характеризующее сходимость результатов параллельных определений.

Значения  $S_r$  приведены в таблице 2;

$X$  - среднее арифметическое результатов параллельных определений.

Таблица 2

Определяемый объект	Диапазон массовых долей, %	Относительное среднее квадратическое отклонение, характеризующее сходимость результатов параллельных определений, $S_r$	Относительное среднее квадратическое отклонение, характеризующее воспроизводимость результатов анализа, $S_a$
Кадмий, олово, свинец	От 0,001 до 0,01 вкл.	0,10	0,15
Железо, кадмий, кремний, магний, медь, олово, свинец	Св. 0,01 " 0,1 "	0,05	0,10
Железо, медь	" 0,1 " 0,5 "	0,03	0,05
Медь	" 0,5 " 2,0 "	0,02	0,05
Алюминий, медь	" 2,0 " 5,0 "	0,02	0,04
Алюминий, медь	Свыше 5,0	0,02	0,03

6.6 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений, удовлетворяющих требованиям 6.5.

## 7 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ

# АНАЛИЗА

7.1 Контроль точности результатов анализа осуществляют с помощью СО состава. Частоту контроля устанавливают с учетом стабильности градуировочных характеристик для каждого конкретного атомно-эмиссионного спектрометра.

7.2 Внеочередной контроль точности результатов анализа осуществляется после ремонта, профилактики спектрометра или изменения условий анализа.

7.3 Контроль сходимости результатов параллельных определений массовых долей элементов в СО и пробах осуществляют в соответствии с 6.5.

7.4 Контроль воспроизводимости результатов анализа выполняют, определяя массовые доли элементов в СО и/или ранее проанализированных пробах.

Расхождения результатов первичного и повторного анализа одной и той же пробы или СО не должны превышать допустимое  $D$  (доверительная вероятность 0,95), рассчитанное по формуле

$$D = Q \cdot S_a \cdot X', \quad (2)$$

где  $Q = 2,77$  - критическое значение отношения размаха двух результатов анализа к их среднему квадратическому отклонению при доверительной вероятности 0,95;

$S_a$  - относительное среднее квадратическое отклонение, характеризующее воспроизводимость результатов анализа.

Значения  $S_a$  приведены в таблице 2;

$X'$  - среднее арифметическое результатов первичного и повторного анализа или аттестованное значение массовой доли элемента в СО.

7.5 При контроле правильности результатов анализа с помощью СО расхождения между воспроизведенной и аттестованной массовыми долями элемента в СО не должны превышать  $0,4 D$ .

7.6 При контроле правильности путем выборочного сравнения результата атомно-эмиссионного анализа пробы  $X$  с результатом анализа этой же пробы  $X_1$ , полученным по другим стандартизованным или аттестованным методикам, должно выполняться условие:

$$|X - X_1| \leq 0,4 \sqrt{D^2 + D_1^2},$$

где  $D_1$  - допускаемое другой методикой расхождение результатов анализа одной и той же пробы.

7.7 Если расхождение между результатами параллельных определений или расхождение между результатами анализа по 7.4-7.6 превышает допускаемые величины, анализ повторяют.

Если и при повторном анализе расхождение превышает допустимые величины, результаты анализа признают неверными и измерения прекращают до выяснения и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

7.8 Результаты анализа нескольких проб, отобранных от одной партии сплава, могут быть интерпретированы только с учетом неоднородности партии, погрешностей пробоотбора и др.

## **ПРИЛОЖЕНИЕ А (рекомендуемое)**

Таблица А.1 - Условия проведения анализа



Контролируемые параметры	Атомно-эмиссионные спектрометры		
	МФС-3, МФС-6, дуга переменного тока	АРЛ 3560, низковольтная искра	
		предынтегрирование	интегрирование
Напряжение, В	220	400	350
Частота, Гц	-	100	100
Сопротивление, Ом	-	-	4,7
Сила тока, А	1,8-8	-	-
Аналитический промежуток, мм	1,5	4	4
Ширина входной щели, мм	0,02-0,03	0,02-0,03	-
Продувка камеры аргоном, с	-	5	-
Время облучения, с	5-10	15	-

Время экспозиции, с	20-60	-	5
Электроды	Угли спектральные марки G3 диаметром 6 мм, заточенные на полусферу с радиусом 1,5 мм		Вольфрамовые

Таблица А.2 - Длины спектральных линий и диапазоны значений массовой доли элементов

Определяемый элемент	Длина волны определяемого элемента, мм*	Диапазон значений массовой доли элементов, %
Алюминий	266,0 308,2 309,2	От 3 до 7 включ.
Алюминий	396,1 305,4	Св. 7
Железо	259,9 273,9 302,0 371,9	От 0,01 до 0,1 включ.
Кадмий	226,5 228,8 326,1 361,0	" 0,001 " 0,02 "

Кремний	288,1	" 0,01 " 0,04 "
Магний	277,9	" 0,01 " 0,1 "
	279,0	
	279,5	
	277,5	
Медь	327,3	" 0,01 " 0,5 "
	261,8	Св. 0,5
	296,1	
Олово	283,9	От 0,005 до 0,02 "
	317,5	
Свинец	283,3	" 0,001 " 0,1 "
	405,7	
Цинк, сравнения	линия 250,2	
	307,2	

	307,5	
	334,5	

ГОСТ применим к оборудованию радиографического контроля