МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ

Метод рентгенофлуоресцентного анализа

Издание официальное

БЗ 1—2001

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 107, Донецким государственным институтом цветных металлов (ДонИЦМ)

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол №14 от 12 ноября 1998 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 декабря 2000 г. № 384-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30608—98 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2001 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2001

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ

Метод рентгенофлуоресцентного анализа

Tin bronzes. Method of X-ray fluorescent analysis

Дата введения 2001—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает рентгенофлуоресцентный метод количественного химического анализа проб оловянных бронз на содержание элементов, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 — **Диапазон массовых долей определяемых элементов**

Определяемый элемент	Диапазон массовых долей элементов,%
Олово	От 1,0 до 15,0 включ.
Цинк	» 0,1 » 16,0 »
Никель	» 0,1 » 4,0 »
Свинец	» 0,01 » 15,0 »
Фосфор	» 0,01 » 2,0 »
Сурьма	» 0,01 » 0,5 »
Железо	» 0,01 » 1,0 »
Марганец	» 0,01 » 0,5 »
Алюминий	» 0,01 » 0,1 »
Кремний	» 0,01 » 0,1 »
Сера	» 0,01 » 0,1 »

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.1.038—82 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. 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

Издание официальное
★

3 Сущность метода

Метод основан на зависимости интенсивности характеристических линий флуоресценции элемента от его массовой доли в пробе. Возбуждаемое первичным рентгеновским излучением характеристическое излучение элементов в пробе разлагается в спектр с последующим измерением аналитических сигналов и определением массовой доли элемента с помощью градуировочных характеристик.

4 Аппаратура и материалы

Сканирующие или многоканальные рентгенофлуоресцентные спектрометры.

Токарный станок или другое оборудование для подготовки пробы к анализу.

Аргон-метановая смесь (для спектрометров, использующих проточно-пропорциональные счетчики).

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

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 нормативными документами, регламентирующими требования к качеству оловянных бронз.

5.3 Анализируемую поверхность пробы затачивают на токарном станке и протирают спиртом. Заточенная поверхность пробы должна быть ровной, гладкой, без усадочной раковины, пор, трещин, шлаковых и неметаллических включений, чтобы исключить искажение результатов за счет возможного рассеяния излучения в неровностях и бороздках. Подготовку анализируемой поверхности проводят непосредственно перед анализом.

5.4 Проба должна полностью перекрывать отверстие приемника пробы (кассеты, камеры или кюветы). Если анализируемая проба не перекрывает отверстие, применяют приспособление в виде специально предназначенных для этой цели металлических диафрагм, ограничивающих поверхность облучения.

5.5 Градуирование спектрометра осуществляют по СО состава (химический состав и физико-химические свойства) оловянных бронз. Обработка облучаемой поверхности СО и ее площадь должны быть идентичны анализируемой пробе.

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.

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

5.7 Подготовку спектрометра к выполнению измерений проводят согласно инструкции по его обслуживанию и эксплуатации.

Условия проведения анализа приведены в приложении А.

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

6 Проведение анализа и обработка результатов

6.1 Анализируемую пробу помещают в приемник пробы, обращая особое внимание на отсутствие перекосов между пробой и приемником. Дальнейший цикл проведения анализа происходит автоматически.

6.2 Анализ пробы выполняют в двух параллельных определениях. За результат одного из параллельных определений принимают результат регистрации в течение одной экспозиции (времени накопления) аналитического сигнала, выраженный в единицах массовой доли элемента, с последующим выводом пробы из-под облучения.

6.3 Расхождения между результатами параллельных определений аналитического сигнала, выраженными в единицах массовой доли элемента, не должны превышать допускаемые при доверительной вероятности $P = 0,95$. Допускаемое расхождение d рассчитывают по формуле

$$d = \Omega S_r X, \quad (1)$$

где $\Omega = 2,77$ — критическое значение отношения размаха результатов двух параллельных определений к их среднему квадратическому отклонению при доверительной вероятности $P = 0,95$;

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 — **Нормы показателей точности определяемых элементов**

Определяемый элемент	Диапазон массовых долей, %	Относительное среднее квадратическое отклонение, характеризующее сходимость результатов параллельных определений, S_r	Относительное среднее квадратическое отклонение, характеризующее воспроизводимость результатов анализа, S_R
Свинец, фосфор, сурьма, железо, марганец, алюминий, кремний, сера	От 0,01 до 0,1 включ.	0,05	0,10
Свинец, фосфор, железо, марганец	Св. 0,01 » 0,5 »	0,03	0,06
Сурьма	» 0,1 » 0,5 »	0,04	0,08
Цинк, никель	От 0,1 » 0,5 »	0,03	0,06
Цинк, свинец, никель, фосфор, железо	Св. 0,5 » 2,0 »	0,02	0,04
Цинк, свинец, никель	» 2,0	0,01	0,02
Олово	От 1,0 до 5,0 включ.	0,02	0,04
Олово	Св. 5,0	0,01	0,02

6.4 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, удовлетворяющих требованиям 6.3.

6.5 Результаты измерений оформляют в виде отчета. Отчет должен содержать:

- данные, необходимые для характеристики пробы;
- результаты анализа с указанием их погрешности;
- ссылку на настоящий стандарт;
- описание любых отклонений от нормы, замеченных при проведении анализа;
- указание на проведение в процессе анализа любых операций, не предусмотренных настоящим стандартом.

7 Контроль точности результатов анализа

7.1 Контроль точности результатов анализа осуществляют с помощью СО состава или проб, однородность которых установлена. Частоту контроля регламентируют с учетом стабильности градуировочных характеристик для каждого конкретного рентгенофлуоресцентного спектрометра.

7.2 Внеочередной контроль точности результатов анализа осуществляют 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 6.3.

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

Расхождения результатов первичного и повторного анализов одной и той же пробы или СО не должны превышать допускаемые расхождения D (доверительная вероятность $P = 0{,}95$), рассчитываемые по формуле

$$D = \Omega S_a X \ , \qquad (2)$$

где $\Omega = 2{,}77$ — критическое значение отношения размаха двух результатов анализа к их среднему квадратическому отклонению при доверительной вероятности $P = 0{,}95$;

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 $0{,}4D$.

7.6 При контроле правильности путем выборочного сравнения результата рентгенофлуоресцентного анализа пробы X с результатом анализа этой же пробы, полученным по другой стандартизованной или аттестованной методике, X_1 должно выполняться условие

$$|X - X_1| \le 0{,}4 \sqrt{D^2 + D_1^2} \ , \qquad (3)$$

где D_1 — допускаемое другой стандартизованной или аттестованной методикой расхождение результатов анализа одной и той же пробы.

7.7 Если расхождения между результатами параллельных определений или расхождения между результатами анализа по 7.4 — 7.6 превышают допускаемые значения, анализ повторяют.

Если и при повторном анализе расхождение превышает допускаемые значения, результаты анализа признают неверными и измерения прекращают до выяснения и устранения причин, вызвавших нарушения 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.

8 Требования безопасности

8.1 Все электроустановки и электроаппаратура, применяемые в процессе спектрального анализа, должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.007.0 и правилам устройства электроустановок.

Эксплуатация электроустановок и электроприборов должна осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.019, ГОСТ 12.1.038, правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей и правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей, утвержденных соответствующими организациями энергонадзора.

8.2 При работе с источниками радиоактивных излучений следует руководствоваться требованиями санитарных правил и норм в соответствии с [1] и [2].

8.3 Требования пожарной безопасности должны соответствовать ГОСТ 12.1.004.

9 Требования к квалификации оператора

К работе на рентгенофлуоресцентном спектрометре допускаются лаборанты рентгеноспектрального анализа не ниже 4-го разряда квалификации.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Условия проведения анализа

Таблица А.1 — **Условия анализа для различных типов рентгенофлуоресцентных спектрометров**

Контролируемый параметр	Тип рентгенофлуоресцентного спектрометра		
	ARL 72000S	XRF 8680	PW 1600/10
Тип рентгеновской трубки, материал анода	OEG-75H3S, OEG-75, Rh	OEG-76H, Rh	PW 2582, Rh
Напряжение (параметр работы рентгеновской трубки), кВ	45—50	45—50	45
Сила тока (параметр работы рентгеновской трубки), мА	40	45—50	45
Время экспозиции, с	30—40	30	30

Таблица А.2 — **Длины спектральных линий**

Определяемый элемент	Линия	Длина волны, нм
Олово	K_α	0,049
Цинк	K_α	0,144
Свинец	L_β	0,098
Никель	K_α	0,166
Фосфор	K_α	0,616
Сурьма	K_α	0,047
Железо	K_α	0,194
Алюминий	K_α	0,834
Кремний	K_α	0,713
Марганец	K_α	0,210
Сера		0,537

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Библиография

[1] ОСП 72/87 Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками радиоактивных излучений, утвержденные Главным государственным санитарным врачом СССР 26.07.87 № 4422—87

[2] НРБ 76/87 Нормы радиоактивной безопасности, утвержденные Главным санитарным врачом СССР 26.05.87 № 4392—87

УДК 669.2/.8:006 001.4:006.354 МКС 77.120.30 77.120.60 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: бронзы оловянные, рентгенофлуоресцентный анализ, аппаратура, материалы, подготовка к анализу, обработка результатов

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *Н С Гришанова*
Корректор *Т И Кононенко*
Компьютерная верстка *О В Арсеевой*

Изд лиц № 02354 от 14 07 2000 Сдано в набор 03 04 2001 Подписано в печать 10 05 2001 Усл печ л 0,93 Уч -изд л 0,70
Тираж 325 экз С 817 Зак 465

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