Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотографической регистрацией спектров

ГОСТ 20068.1—79

Tinless bronze. Method of spectral analysis of metal standard specimens with spectrum photographic record

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на бронзы безоловянные марок БрА5, БрА7, БрАМц9-2, БрАМц10-2, БрАЖ9-4, БрАЖМц10-3-1,5, БрАЖН10-4-4, БрАЖНМц9-4-4-1, БрКМц3-1, БрБ2, БрБНТ1,7, БрБНТ1,9 и БрКН1-3 по ГОСТ 18175 и устанавливает метод спектрального анализа по металлическим СО с фотографической регистрацией спектра.

Метод основан на возбуждении спектра дуговым разрядом переменного тока с последующей регистрацией его на фотопластинке с помощью спектрографа. Массовую долю определяемых элементов находят по градуировочному графику с помощью измеренных значений разности оптических плотностей аналитических линий и «внутренних стандартов» в спектрограммах пробы.

Метод позволяет определить в безоловянных бронзах железо, никель, марганец, цинк, олово, свинец, мышьяк, алюминий, сурьму, бериллий и кремний в диапазоне массовых долей, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Диапазон определяемых массовых долей элементов в зависимости от марки сплава

Марка сплава	Определяемый элемент	Значения массовых долей, %	Марка сплава	Определяемый элемент	Значения массовых долей, %
БрА5; БрА7	Кремний	0,06—0,15	БрАЖ9-4	Кремний	0,07—0,3
	Железо	0,2—0,8		Олово	0,05—0,4
	Олово	0,03—0,2		Мышьяк	0,005—0,06
	Мышьяк	0,003—0,02		Сурьма	0,001—0,04
	Сурьма	0,001—0,03		Свинец	0,008—0,07
	Свинец	0,02—0,15		Цинк	0,25—1,6
	Цинк	0,2—0,8		Никель	0,3—1,3
	Никель	0,2—0,8		Марганец	0,2—1,0
	Марганец	0,4—0,8			
БрАМц9-2; БрАМц10-2	Кремний	0,08—0,5	БрАЖН10-4-4; БрАЖНМц9-4-4-1	Кремний	0,05—0,3
	Олово	0,03—0,5		Олово	0,04—0,4
	Железо	0,2—1,3		Мышьяк	0,005—0,05
	Мышьяк	0,004—0,15		Сурьма	0,001—0,005
	Сурьма	0,001—0,07		Свинец	0,01—0,15
	Свинец	0,02—0,3		Цинк	0,1—0,8
	Цинк	0,3—1,6		Марганец	0,1—0,8
	Никель	0,2—1,3			

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

Продолжение табл. 1

Марка сплава	Определяемый элемент	Значения массовых долей, %	Марка сплава	Определяемый элемент	Значения массовых долей, %
БрАЖМц10-3-1,5	Кремний Олово Сурьма Свинец Цинк Никель	0,07—0,25 0,07—0,2 0,001—0,005 0,01—0,05 0,2—1,0 0,3—1,0	БрКН1-3	Сурьма Свинец Цинк Марганец	0,001—0,005 0,08—0,25 0,05—0,25 0,05—0,5
			БрКМц3—1	Олово Кремний	0,1—0,5 2,4—3,6
БрКМц3-1	Железо Сурьма Свинец Цинк Никель	0,2—0,5 0,001—0,005 0,01—0,05 0,2—0,9 0,1—0,5	БрБ2 БрБНТ1, 9	Бериллий Олово Цинк	1,0—3,0 0,033—0,18 0,041—0,23
БрБ2; БрБНТ1,7; БрБНТ1,9	Кремний Алюминий Железо Свинец Никель	0,03—0,4 0,03—0,4 0,03—0,4 0,001—0,01 0,1—0,8	БрКН1—3	Кремний Никель	0,4—1,3 2,4—3,4
			БрАМц9—2; БрАМц10—2; БрАЖМц10—3—1,5; БрАЖН10—4—4; БрАЖНМц 9—4—4—1; БрАЖ9—4	Алюминий	7,5—11,5
БрКН1-3	Алюминий Олово Железо Мышьяк	0,01—0,03 0,05—0,2 0,05—0,4 0,001—0,005			

Сходимость и воспроизводимость результатов анализа характеризуется величинами допускаемых расхождений, приведенными в табл. 2, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 2

Определяемая примесь	Допускаемое расхождение двух результатов параллельных определений d_2, %	Допускаемое расхождение двух результатов параллельных определений D_2, %
Железо	0,18C	0,23C
Марганец	0,0039 + 0,22C	0,0052 + 0,29C
Кремний	0,0016 + 0,17C	0,0021 + 0,23C
Свинец	0,0001 + 0,17C	0,0002 + 0,23C
Сурьма	0,0001 + 0,17C	0,0002 + 0,23C
Никель	0,25C	0,33C
Цинк	0,0052 + 0,20C	0,0068 + 0,26C
Олово	0,0016 + 0,25C	0,0021 + 0,32C
Мышьяк	0,0001 + 0,20C	0,0001 + 0,26C
Алюминий	0,0013 + 0,17C	0,0017 + 0,23C
Бериллий	0,18C	0,23C

Примечания:

1. При проверке выполнения установленных нормативов допускаемых расхождений двух результатов параллельных определений за $C = (C_1 + C_2)/2$ принимают среднеарифметическое первого (C_1) и второго (C_2) результатов параллельных определений данной примеси в одной и той же пробе.

2. При проверке установленных нормативов допускаемых расхождений двух результатов анализа за $C = (C_1 + C_2)/2$ принимают среднеарифметическое двух сопоставляемых результатов анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

1.2. Систематическая проверка воспроизводимости результатов анализа проб по ГОСТ 18242*.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрограф для фотографирования ультрафиолетовой области спектра со средней разрешающей способностью типа ИСП-30.

Источник возбуждения спектра — дуга переменного тока (генератор типа УГЭ-4).

Микрофотометр типа МФ-2 или ИФО-460.

Спектропроектор ПС-18 или другого типа.

Электроды из меди М-1 или из угля в виде прутков диаметром 6—7 мм марки С-3, заточенные на полусферу или усеченный конус.

Приспособление для заточки медных и угольных электродов станок модели КП-35.

Стандартные образцы, изготовленные по ГОСТ 8.315.

Токарный станок для заточки СО и анализируемых образцов на плоскость типа ТВ-16.

Фотопластинки спектральные типов 1, 2, «Микро», ЭС, УФШ чувствительностью от 0,5 до 60 единиц.

Метол (пара-метиламинофенолсульфат) по ГОСТ 25664.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627.

Натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Натрий серноватистокислый кристаллический (тиосульфат) по ГОСТ 244.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

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

Раствор 2; готовят следующим образом: 100 г натрия углекислого и 7 г бромистого калия растворяют в 500—700 $см^3$ воды и доливают водой до 1 $дм^3$.

Допускается применение и других контрастно работающих проявителей.

Проявитель для спектральных фотопластинок типа УФШ; готовят следующим образом: 2,2 г метола, 8,8 г гидрохинона, 96 г натрия сернистокислого, 48 г натрия углекислого и 5 г бромистого калия растворяют в 500—700 $см^3$ воды и доливают водой до 1 $дм^3$.

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

Допускается использование другой аппаратуры, оборудования, материалов и реактивов, при условии получения метрологических характеристик не хуже установленных настоящим стандартом.

Средства измерения должны быть аттестованы в соответствии с ГОСТ 8.326**.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка анализируемых образцов и СО

Подготовка анализируемых образцов и СО к анализу должна быть однотипной для каждой серии измерений. Образец представляет собой темплет или кусок литой пробы произвольной формы. Масса пробы и СО не должны отличаться более чем в два раза.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 50779.71—99.

** В Российской Федерации действуют ПР 50.2.009—94.

Подготовку образца проводят зачисткой одной из его граней на плоскость напильником или металлорежущим инструментом (станком) без охлаждающей жидкости и смазки. При фотографировании каждого спектра зачищенная поверхность должна представлять собой плоскую площадку диаметром не менее 10 мм без раковин, царапин, трещин и шлаковых включений. Перед фотографированием спектров для снятия поверхностных загрязнений анализируемые образцы и СО протирать этиловым спиртом.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Образец (или СО) зажимают в нижнем зажиме штатива и подводят под угольный (или медный) электрод таким образом, чтобы расстояние от обыскриваемого участка до края образца было не меньше пятна обыскривания (2—5 мм).

Между концами электродов, раздвинутыми на 1,5—2,5 мм, зажигают дугу переменного тока силой 3—8 А.

Межэлектродный промежуток устанавливают по шаблону или микрометрическим винтом. Длину дуги и положение источника на оптической оси контролируют с помощью диафрагмы, расположенной на средней линзе трехлинзовой осветительной системы.

Спектры фотографируют с помощью кварцевого спектрографа средней дисперсии типа ИСП-30. Щель спектрографа — 0,015 мм.

С целью сокращения времени экспозиции и получения высокой разрешающей способности спектрографа применяют астигматическое освещение щели с полным заполнением объектива коллиматора. Для этого применяется однолинзовый сферический конденсор с фокусным расстоянием 75 мм, расположенный на расстоянии 300 мм от щели и 72 мм от источника света.

Допускается также применять любую другую систему освещения, которая обеспечивает равномерную интенсивность линии в фокальной плоскости прибора.

Для каждого образца (пробы и СО) фотографируют по две спектрограммы.

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

Время предварительного обжига составляет 15 с. Время экспозиции должно быть не менее 15 с.

4.2. Обработка фотопластинок. Проявление фотопластинок в зависимости от их типа проводят в соответствующем проявителе (см. п. 2) при температуре 18—20 °С.

После промывки фотопластинок в проточной воде их фиксируют в фиксажном растворе, промывают в проточной воде и высушивают.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Оптические плотности аналитических линий и «внутренних стандартов» в спектрограммах измеряют с помощью микрофотометра.

Длины волн аналитических линий и «внутренних стандартов» приведены в табл. 3.

Указанный в таблице Фон-1 означает значение оптической плотности слабой молекулярной линии 235,08 нм; Фон-2— максимальное значение оптической плотности фона рядом с линией с длинноволновой стороны; Фон-3—минимальное значение оптической плотности фона рядом с линией с коротковолновой стороны.

Допускается применение других аналитических линий и «внутренних стандартов» при условии, что они обеспечивают сходимость повторных результатов анализа и нижние границы определяемых содержаний элементов, отвечающие требованиям настоящего стандарта.

На спектрограмме с помощью микрофотометра измеряют почернения аналитических линий определяемых элементов $S_{(л+ф)}$ и линий «внутреннего стандарта» (фона) $S_{вн.ст.(ф)}$. Вычисляют значение $\Delta S = S_{(л+ф)} - S_{вн.ст.(ф)}$. Находят среднеарифметическое результатов, полученное по двум спект-

Таблица 3

Длины волн аналитических линий и линий «внутренних стандартов»

Определяемый элемент	Наименование бронзы					
	алюминиевая, алюминиево-марганцевая, алюминиево-железная, алюминиево-железно-марганцевая, алюминиево-железно-никелевая и кремне-марганцовая		кремненикелевая		бериллиевая	
	Аналитическая линия, нм	Линия «внутреннего стандарта», нм	Аналитическая линия, нм	Линия «внутреннего стандарта», нм	Аналитическая линия, нм	Линия «внутреннего стандарта», нм
Железо	291,22	Медь 291,12	295,35	Медь 291,12	259,84	Медь 263,49
Никель	282,13	Медь 291,12	282,13	Медь 291,12	282,13	Медь 291,12
Марганец	288,96	Медь 291,12	288,96	Медь 291,12	—	—
Цинк	307,21	Фон—2	307,21	Фон—3	334,50	Фон—3
	330,2	Фон—3	—	—	—	
Олово	285,06	Медь 291,12	285,06	Медь 291,12	285,06	Медь 291,12
Свинец	283,31	Медь 291,12	266,32	Медь 263,00	—	—
Мышьяк	234,98	Фон—1	—	—	—	—
Алюминий	—	—	308,22	Медь 291,12	257,51	Медь 263,00
Кремний	243,52	Медь 263,69	288,16	Медь 288,29	251,43	Медь 263,00
	288,16	Медь 288,29	—	—	—	—
Сурьма	231,15	Фон—3	—	—	—	—
Бериллий	—	—	—	—	265,05	Медь 263,00

рограммам каждого стандартного образца (ΔS), и строят градуировочный график в координатах $\Delta\overline{S} - \lg C$, где C — массовая доля примеси в стандартных образцах, %. По полученным градуировочным графикам находят содержание примесей для каждой из двух спектрограмм, полученных для одной пробы.

Основным методом является метод «трех эталонов». Допускается применение других методов построения графика, например метод твердого градуировочного графика, метод контрольного «эталона» и т. д.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, полученных на одной фотопластинке.

Допускаемые расхождения двух параллельных определений и двух результатов анализа пробы не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Если расхождение между параллельными определениями превышает величину d_2, фотографирование спектров повторяют на второй фотопластинке.

Контроль точности результатов анализа проводят по ГОСТ 25086 с использованием государственных, отраслевых стандартных образцов или стандартных образцов предприятия.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.10.79 № 4102

3. ВЗАМЕН ГОСТ 20068.1—74

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 8.315—97	2	ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 8.326—89	2	ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 61—75	2	ГОСТ 18242—72	1.2
ГОСТ 83—79	2	ГОСТ 19627—74	2
ГОСТ 195—77	2	ГОСТ 25086—87	1.1
ГОСТ 244—76	2	ГОСТ 25664—83	2; 5
ГОСТ 4160—74	2		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1984 г., ноябре 1989 г. (ИУС 9—84, 2—90)

gost.e-ecolog.ru