УДК 669.65'891.018.24:543.42:006.354 Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БАББИТЫ КАЛЬЦИЕВЫЕ

Метод спектрального анализа по синтетическим стандартным образцам

ГОСТ 9519.2—77

Lead-calcium bearing alloys.
Method of spectral analysis on synthetic standart specimens

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт распространяется на баббиты кальциевые и устанавливает спектральный метод анализа по синтетическим стандартным образцам предприятия.

Метод основан на измерении относительных интенсивностей спектральных линий пробы при возбуждении спектров разрядами дуги переменного тока.

Метод устанавливает определение примесей и основных компонентов кальциевых баббитов в диапазоне массовых долей, %:

кальция — от 0,2 до 1,5;
натрия — от 0,2 до 1,2;
олова — от 0,5 до 3,0;
магния — от 0,01 до 0,20;
висмута — от 0,05 до 0,25;
сурьмы — от 0,05 до 0,5;
алюминия — от 0,01 до 0,5;
меди — от 0,01 до 0,5.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 9519.0. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.2—1.5. **(Исключены, Изм. № 1).**

Разд. 2. **(Исключен, Изм. № 1).**

3. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии с трехлинзовой системой освещения (ИСП-30, ИСП-28 и др.).

Генератор дуги переменного тока ДГ-2 — источник света.

Микрофотометр МФ-2.

Трехступенчатый ослабитель.

Угли спектрально-чистые марки С-2 в виде прутков диаметром 6 мм.

Установка (с набором фрез) для заточки угольных электродов с кратером размером 4 × 4 мм или на усеченный конус с площадкой диаметром 2 мм, или на полусферу.

Фотопластинки типа I по ГОСТ 10691.0.

Весы аналитические типа АДВ-200.

Стекла часовые.

Ступки с пестиком агатовые или яшмовые.

Шкаф сушильный.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева 750—800 °С.

gost.e-ecolog.ru

Бюксы стеклянные.
Эксикатор.
Напильники.
Щипцы тигельные.
Проявитель № 1 и фиксаж.
Спирт этиловый гидролизный высшей очистки.
Кальций углекислый по ГОСТ 4530.
Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.
Магний углекислый по ГОСТ 6419.
Олово двуокись (окись), ч. д. а.
Сурьмы окись, ч. д. а.
Свинца окись по НД.
Алюминия окись, ч. д. а.
Меди окись по ГОСТ 16539.
Висмута окись по ГОСТ 10216.
Магния окись по ГОСТ 4526.

Примечание. Допускается применять другую аппаратуру, материалы и реактивы при условии получения точности анализа не ниже предусмотренной настоящим стандартом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПРИГОТОВЛЕНИЕ СИНТЕТИЧЕСКИХ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ПРЕДПРИЯТИЯ

4.1. Для каждой марки сплава готовят серию синтетических стандартных образцов предприятия, которые представляют собой смесь окислов металлов. Сначала готовят головные образцы и затем из них путем разбавления соответствующие серии синтетических стандартных образцов предприятия.

Головные образцы представляют собой смесь окислов с максимальным содержанием всех примесей.

Расчет массы навески для каждого элемента производят по формуле

$$X = \frac{C\,m\,M}{\alpha\,A\,100},$$

где C — массовая доля вводимого элемента, %;
m — масса головного образца, г;
M — молекулярная масса химического соединения, содержащего вводимый элемент;
A — атомная масса вводимого элемента;
α — количество атомов вводимого элемента, входящих в состав молекулы химического соединения.

Для учета поправки на содержание основного вещества массу навески корректируют, умножая полученные результаты на коэффициент $\frac{100}{K}$, где K — содержание основного вещества в используемом химическом реактиве.

Основу (окись свинца) вводят в смесь из расчета $m = \Sigma x_i$, где m — общая масса синтетического стандартного образца предприятия; Σx_i — сумма всех вводимых примесей.

4.2. Для приготовления головных стандартных образцов предприятия берут навески в соответствии с табл. 1 или рассчитывают массу навески по формуле (п. 4.1) из предварительно просушенных безводных реактивов.

Таблица 1

Содержание элементов в головных образцах (из расчета на 10 г)

Марка сплава	Кальций		Натрий		Олово		Магний		Алюминий	
	% по массе	$CaCO_3$, г	% по массе	Na_2CO_3, г	% по массе	SnO_2, г	% по массе	MgO, г	% по массе	Al_2O_3, г
БКА	2,4	0,5998	2,2	0,5070	—	—	0,06	0,01	0,4	0,0766
БК2	2,0	0,4998	2,0	0,4609	4,4	0,5597	0,4	0,0666	0,05	0,0096
БК2Ш	2,0	0,4998	2,0	0,4609	4,4	0,5597	0,4	0,0666	0,05	0,0096

Продолжение табл. 1

Марка сплава	Висмут		Сурьма		Медь		Свинец	
	% по массе	Bi_2O_3, г	% по массе	Sb_2O_3, г	% по массе	CuO, г	% по массе	PbO, г
БКА	0,3	0,0384	0,6	0,0719	—	—	87,01	8,7012
БК2	0,5	0,0558	0,5	0,06	0,34	0,0427	82,45	8,2450
БК2Ш	0,5	0,0558	0,5	0,06	0,34	0,0427	82,45	8,2450

Реактивы помещают в агатовую или яшмовую ступку, смачивают небольшим количеством спирта и растворяют до полного высыхания. Эту операцию повторяют 6—7 раз в течение 6—7 ч до получения однородной массы.

Готовый головной образец и электроды со стандартными образцами предприятия хранят в эксикаторе.

4.3. Серии синтетических стандартных образцов предприятия массой по 2 или 3 г готовят из головного образца последовательным разбавлением, то есть каждый последующий синтетический стандартный образец предприятия готовят разбавлением предыдущего в два раза.

При разбавлении каждую новую смесь растирают, добавляя спирт 4—5 раз в течение 3 ч.

Примечание. Работа требует большой аккуратности. Во избежание потерь микропримесей нельзя допускать «выползания» смеси на края ступки.

4.1—4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.4. Приготовление материала стандартного образца предприятия и его аттестация проводится в соответствии с приложением ГОСТ 9519.1.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

5. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

5.1. Синтетические стандартные образцы предприятия, просушенные в сушильном шкафу при 100—120 °С в течение 30 мин, плотно набивают в кратер угольного электрода и используют в течение 1 ч.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Анализируемый образец с помощью напильника очищают от поверхностных загрязнений, затем чистым напильником снимают приблизительно 1 г стружки для анализа. Часть стружки плотно набивают в кратер угольного электрода.

Готовые электроды ставят в фарфоровый тигель и помещают на 2—3 мин в муфельную печь, нагретую до 750—800 °С.

При этом они нагреваются до кирпично-красного цвета.

6. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1. Угольный электрод, подготовленный в соответствии с пп. 5.1 и 5.2, укрепляют в нижнем электрододержателе штатива спектрографа.

В качестве второго электрода устанавливают угольный стержень, заточенный на полусферу или усеченный конус с площадкой 2 мм. Расстояние между электродами 1,5 мм устанавливают по шаблону.

6.2. В качестве источника возбуждения спектров используют генератор дуги переменного тока ДГ-2. Режим «дуга», сила тока 5 А. Ширину щели спектрографа устанавливают 0,012 мм, высоту промежуточной диафрагмы — 5 мм.

6.3. На щели спектрографа устанавливают трехступенчатый ослабитель с целью обеспечения нормальных плотностей почернения аналитических линий с единой съемки для всех концентраций.

6.4. Спектры синтетических стандартных образцов предприятия и исследуемых проб фотографируют по три раза, рандомизируя порядок съемки последовательным фотографированием спектров синтетических стандартных образцов предприятия и проб.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.5. Фотопластинку типа I помещают в кассете таким образом, чтобы охватить исследуемый диапазон спектра.

6.6. Отжиг пробы производят в течение 5 с. Время экспозиции 35—45 с подбирают в зависимости от чувствительности фотопластинок.

6.7. Обработку фотопластинок производят по ГОСТ 10691.0.

6.8. Длины волн аналитических линий и линий сравнения приведены в табл. 1а.

Таблица 1а

Определяемый элемент	Длина волны определяемого элемента, нм	Длина волны линии сравнения свинца, нм
Кальций	315,88	324,0
Натрий	330,29	322,0
Олово	284,00	322,0
Висмут	306,70	322,0
Сурьма	287,70	322,0
Алюминий	308,20	322,0
Медь	324,70	322,0
Магний	379,55	322,0

Примечание. При наличии в пробах цинка происходит наложение линии цинка 330,2 нм на линию натрия 330,2 нм. Отсутствие цинка в пробах контролируют по более чувствительной линии цинка 334,5 нм. При появлении линии цинка натрий определяют химическим или атомно-абсорбционным методом.

6.9. Оптические плотности аналитической линии ($S_{ан}$) и линии сравнения ($S_{ср}$) измеряют микрофотометром.

6.10. По измеренным значениям рассчитывают разности оптических плотностей аналитической линии и линии сравнения ΔS, усредняют эти величины по трем параллельным спектрограммам, получая $\Delta S_{ср}$. Градуировочный график строят в координатах $\Delta S_{ср}$—$\lg C$ для каждой фотопластинки, на которую сфотографированы спектры анализируемых проб и синтетических стандартных образцов предприятия.

6.11. Контроль положения градуировочного графика проводят по стандартным образцам периодически.

Смещение градуировочного графика считают допустимым при выполнении условия

$$|\overline{X}-\overline{X}_{атт}| \le 0{,}5\,\frac{d_{отн}}{100}\cdot X,$$

где $\overline{X}$ — результат анализа, %;

$\overline{X}_{атт}$ — массовая доля, приведенная в свидетельстве на стандартный образец предприятия, %;

$d_{отн}$ — допускаемое расхождение, приведенное в табл. 3, %;

X — значение аттестуемой характеристики, %.

6.8—6.11. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1—7.3. **(Исключены, Изм. № 2).**

7.4. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений. Допускаемые расхождения между наиболее различающимися данными при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать величин, указанных в табл. 3.

Таблица 3*

Определяемый элемент	Диапазон массовых долей, %	Относительное допускаемое расхождение, %
Кальций	0,2—1,5	6
Натрий	0,2—1,2	7
Олово	0,5—3,0	7
Алюминий	0,01—0,5	10
Висмут	0,05—0,25	10
Магний	0,01—0,20	10
Медь	0,01—0,5	10
Сурьма	0,05—0,5	10

* Таблица 2. **(Исключена, Изм. № 2).**

Числовые значения результатов анализа должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и соответствующие нормируемые показатели химического состава, заданные в стандартах на марки сплавов.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

7.5. Воспроизводимость результатов анализа одной и той же пробы ($\overline{X}_1$—$\overline{X}_2$), выполненных в разное время в разных лабораториях по данной методике, должна удовлетворять условию

$$|\overline{X}_1-\overline{X}_2| \le 1{,}3\,\frac{d_{отн}}{100}\cdot X,$$

где $d_{отн}$ — допускаемое расхождение, указанное в табл. 3, %.

7.6. В случае попадания результатов анализа в критическую область поля допуска на содержание элемента в сплаве заданной марки $\delta \pm \frac{d_{отн}}{100}\cdot X$ (δ — нормированная граница марочного состава по ГОСТ 1209), пробу анализируют химическими методами по ГОСТ 1219.1—ГОСТ 1219.8.

7.5, 7.6. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии

РАЗРАБОТЧИКИ

В.С. Чумаченко, Л.И. Фунин, В.И. Петров, А.И. Погонина, С.Д. Демченко, Р.П. Петрова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПОСТАНОВЛЕНИЕМ Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 15.04.77 № 946

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 83—79	3
ГОСТ 1209—90	7.6
ГОСТ 4526—75	3
ГОСТ 4530—76	3
ГОСТ 6419—78	3
ГОСТ 1219.1-74—ГОСТ 1219.8-74	7.6
ГОСТ 9519.0—82	1.1
ГОСТ 9519.1—77	4.4
ГОСТ 10216—75	3
ГОСТ 10691.0—84	3, 6.7
ГОСТ 16539—79	3

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

6. ИЗДАНИЕ (июль 2000 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1982 г., июне 1987 г. (ИУС 1—83, 10—87)

gost.e-ecolog.ru