

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотоэлектрической регистрацией спектров

ГОСТ
20068.2—79

Tinless bronze. Method of spectral analysis of metal standard specimens with spectrum photo-electric record

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на безоловянные бронзы марок БрА5, БрА7, БрАМц9-2, БрАМц10-2, БрАЖМц10-3-1,5, БрАЖН10-4-4, БрАЖНМц9-4-4-1, БрКМц3-1, БрБ2, БрБНТ1,7, БрБНТ1,9, БрКд1, БрХ-1, БрАЖ9-4 и БрКН1-3 по ГОСТ 18175 и устанавливает метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам (СО) с фотоэлектрической регистрацией спектра.

Метод основан на возбуждении спектра дуговым униполярным разрядом, или низковольтным искровым разрядом, или дуговым разрядом переменного тока с последующей регистрацией его оптическим квантометром. Метод позволяет определять в бронзах железо, никель, марганец, цинк, олово, свинец, мышьяк, алюминий, кремний, титан, бериллий, кадмий в диапазоне массовых долей, указанных в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Диапазон определяемых массовых долей элементов в зависимости от марки сплава

Марка сплава	Определяемый элемент	Диапазон концентраций, %	Марка сплава	Определяемый элемент	Диапазон концентраций, %
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		Свинец	0,008—0,07
	Свинец	0,02—0,15		Цинк	0,25—1,6
	Цинк	0,2—0,8		Никель	0,3—1,5
	Никель	0,2—0,8		Марганец	0,2—1,0
	Марганец	0,4—0,8		Железо	1,0—4,5
БрАМц9-2; БрАМц10-2	Кремний	0,08—0,5	БрАЖМц10-3-1,5	Кремний	0,07—0,25
	Олово	0,03—0,5		Олово	0,07—0,2
	Железо	0,2—1,5		Свинец	0,015—0,05
	Мышьяк	0,004—0,15		Цинк	0,2—1,0
	Свинец	0,015—0,4		Никель	0,3—1,0
	Цинк	0,35—2,0		Железо	1,5—4,5
	Никель	0,2—1,6		Марганец	0,4—2,5
	Марганец	0,8—2,9			

Продолжение табл. 1

Марка сплава	Определяемый элемент	Диапазон концентраций, %	Марка сплава	Определяемый элемент	Диапазон концентраций, %	
БрАЖН10-4-4; БрАЖНМц9-4-4-1	Кремний	0,05—0,3	БрКН1-3	Алюминий	0,01—0,03	
	Олово	0,04—0,4		Олово	0,05—0,2	
	Мышьяк	0,0015—0,09		Железо	0,05—0,4	
	Свинец	0,015—0,15		Мышьяк	0,001—0,005	
	Цинк	0,15—0,8		Свинец	0,08—0,25	
	Марганец	0,1—0,8		Цинк	0,05—0,25	
			Марганец	0,05—0,5		
			Никель	2,0—4,0		
БрКМц3-1	Олово	0,1—0,4	БрАМц9—2; БрАМц10—2; БрАЖМц 10—3—1,5; БрАЖН10—4—4; БрАЖ9—4; БрАЖНМц 9—4—4—1	Алюминий	7,5—11,5	
	Железо	0,2—0,5				
	Свинец	0,015—0,05				
	Цинк	0,2—0,9				
	Никель	0,15—0,5				
	Кремний	2,0—4,0				
Марганец	0,5—1,8					
БрБ2; БрБНТ1,7 БрБНТ1,9	Кремний Алюминий Железо	0,03—0,4	БрБ2; БрБНТ1,9	Цинк Никель Олово Бериллий	0,04—0,5	
		0,03—0,4			0,1—2,0	
		0,03—0,4			0,03—0,2	
	Свинец Никель Титан	0,002—0,02	БрКол	Кадмий	0,1—3,0	0,5—1,4
		0,1—0,8				
		0,05—0,35				
			БрХ-1	Никель Цинк Кремний	0,008—0,03 0,01—0,10 0,03—0,10	

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

Т а б л и ц а 2

Определяемая примесь	Допускаемое расхождение двух результатов параллельных определений d_2 , %	Допускаемое расхождение двух результатов анализа D_2 , %
Железо	0,0030 + 0,07С	0,0040 + 0,10С
Марганец	0,0064 + 0,07С	0,0084 + 0,10С
Кремний	0,0051 + 0,07С	0,0067 + 0,10С
Свинец	0,0002 + 0,12С	0,0002 + 0,16С
Бериллий	0,18С	0,23С
Никель	0,0103 + 0,07С	0,0135 + 0,10С
Цинк	0,0026 + 0,12С	0,0034 + 0,16С
Олово	0,0024 + 0,07С	0,0032 + 0,09С
Мышьяк	0,0001 + 0,15С	0,0001 + 0,20С
Алюминий	0,0008 + 0,12С	0,0010 + 0,16С
Титан	0,0015 + 0,12С	0,0019 + 0,16С
Кадмий	0,18С	0,23С

П р и м е ч а н и я:

1. При проверке выполнения установленных нормативов допускаемых расхождений 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 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 И МАТЕРИАЛЫ

Фотоэлектрическая установка (квантометр) типа МФС-8.

Генератор типа УГЭ-4.

Для регистрации излучения с помощью квантометра ДФС-10М линии мышьяка (234,98 нм) и «внутреннего стандарта» (фон-228,3 нм) применяют фотоумножители типа ФЭУ-5, которые устанавливаются без зеркал. Для линий остальных элементов и других «внутренних стандартов» (см. табл. 3) используют фотоумножители типа ФЭУ-4 и фотоэлементы Ф-1.

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

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

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

Стандартные образцы, изготовленные по ГОСТ 8.315.

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*.

Разд. 2. (Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

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

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

Разд. 3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

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

Между концами электродов, раздвинутыми на $(1,5 \pm 0,02)$ мм, зажигают дугу переменного тока силой 3—8 А, или низковольтную искру емкостью 40 мкФ, индуктивностью 500 мкГн и силой 2,5—3 А, или униполярную дугу (при включении образца в качестве анода дуги) силой 2,5 А, питаемые с помощью генератора УГЭ—4 от сети (220 ± 5) В.

Режим управления источника — фазовый. Для источников возбуждения спектра — дуга переменного тока и низковольтная искра, фазу поджига устанавливают равной 90° , а для униполярной дуги — 125° . Ширина входной щели квантометра ДФС-10М составляет 0,02—0,07 мм. Время обжига 10—15 с, время экспозиции не более 90 с. Освещение входной щели квантометра производят с помощью растрового конденсора. От каждого СО и образца получают по два показания регистрирующего устройства.

Длины волн аналитических линий, линий «внутренних стандартов», значение массовых долей элементов и источники возбуждения спектра приведены в табл. 3.

* В Российской Федерации действуют ПР 50.2.009—94

**Длины волн аналитических линий, линий «внутренних стандартов»,
диапазоны определяемых массовых долей элементов и источников возбуждения спектра**

Марка сплава	Определяемый элемент	Аналитическая линия, нм	Линия «внутреннего стандарта», нм	Значения массовых долей, %	Источник возбуждения спектра
БрА7; БрА5	Кремний	288,16	Медь 510,55	0,06—0,15	Дуга переменного тока
	Железо	371,99	Медь 510,55	0,2—0,8	
	Олово	283,99	Медь 510,55	0,03—0,2	
	Мышьяк	234,98	Фон 228,30	0,003—0,02	
	Свинец	405,78	Медь 510,55	0,02—0,15	
	Цинк	472,22	Медь 510,55	0,2—0,8	
	Никель	341,48	Медь 510,55	0,2—0,8	
Марганец	403,07	Медь 510,55	0,4—0,8		
БрАМц9-2; БрАМц10-2	Кремний	288,16	Медь 510,55	0,08—0,5	Дуга переменного тока или низковольтная искра
	Олово	283,99	Медь 510,55	0,03—0,5	
	Железо	371,99	Медь 510,55	0,2—1,5	Дуга переменного тока Униполярная дуга
	Мышьяк	234,98	Фон 228,30	0,004—0,15	
	Свинец	405,78	Медь 510,55	0,015—0,4	
	Цинк	472,22	Медь 510,55	0,35—2,0	
	Никель	341,48	Медь 510,55	0,2—1,6	
Марганец	482,35	Медь 510,55	0,8—2,9	Низковольтная искра	
БрАЖ9-4	Кремний	288,16	Медь 510,55	0,07—0,3	Дуга переменного тока или низковольтная искра
	Олово	283,99	Медь 510,55	0,05—0,4	
	Мышьяк	234,98	Фон 228,30	0,005—0,06	
	Свинец	405,78	Медь 510,55	0,008—0,07	Дуга переменного тока Униполярная дуга или дуга переменного тока
	Цинк	472,22	Медь 510,55	0,25—1,6	
	Никель	341,48	Медь 510,55	0,3—1,5	
	Марганец	403,07	Медь 510,55	0,2—1,0	
Железо	358,12	Медь 510,55	1,0—4,5	Дуга переменного тока или низковольтная искра	
БрАЖМц 10-3-1,5	Кремний	288,16	Медь 510,55	0,07—0,25	Дуга переменного тока или низковольтная искра
	Олово	283,99	Медь 510,55	0,07—0,2	
	Свинец	405,78	Медь 510,55	0,015—0,05	
	Цинк	472,22	Медь 510,55	0,2—1,0	Дуга переменного тока или низковольтная искра
	Никель	341,48	Медь 510,55	0,3—1,0	
	Железо	358,12	Медь 510,55	1,5—4,5	Низковольтная искра
	Марганец	482,35	Медь 510,55	0,4—2,5	
БрАЖН 10-4-4; БрАЖНМц 9-4-4-1	Кремний	288,16	Медь 510,55	0,05—0,3	Дуга переменного тока или низковольтная искра
	Олово	283,99	Медь 510,55	0,04—0,4	
	Мышьяк	234,98	Фон 228,30	0,0015—0,09	Дуга переменного тока Униполярная дуга
	Свинец	405,78	Медь 510,55	0,015—0,15	
	Цинк	472,22	Медь 510,55	0,15—0,8	Дуга переменного тока или низковольтная искра
	Марганец	403,07	Медь 510,55	0,1—0,8	
БрКМц3-1	Олово	283,99	Медь 510,55	0,1—0,4	Дуга переменного тока
	Железо	371,99	Медь 510,55	0,2—0,5	
	Свинец	405,78	Медь 510,55	0,15—0,05	
	Цинк	472,22	Медь 510,55	0,2—0,9	
	Никель	341,48	Медь 510,55	0,15—0,5	
	Кремний	288,16	Медь 510,55	2,0—4,0	
	Марганец	482,35	Медь 510,55	0,5—1,8	

Окончание табл. 3

Марка сплава	Определяемый элемент	Аналитическая линия, нм	Линия «внутреннего стандарта», нм	Значения массовых долей, %	Источник возбуждения спектра
БрБ2; БрБНТ1,7; БрБНТ1,9	Кремний	288,16	Медь 510,55	0,03—0,4	Дуга переменного тока
	Алюминий	396,15	Медь 510,55	0,03—0,4	
	Железо	358,12	Медь 510,55	0,03—0,4	
	Свинец	405,78	Медь 510,55	0,002—0,02	Низковольтная искра
	Никель	341,48	Медь 510,55	0,1—0,8	
	Титан	453,31	Медь 510,55	0,05—0,35	
БрКН1-3	Алюминий	396,15	Медь 510,55	0,01—0,03	Дуга переменного тока
	Олово	283,39	Медь 510,55	0,05—0,2	
	Железо	358,12	Медь 510,55	0,05—0,4	
	Мышьяк	234,98	Фон 228,30	0,001—0,005	
	Свинец	405,78	Медь 510,55	0,08—0,25	Низковольтная искра
	Цинк	472,22	Медь 510,55	0,05—0,25	
	Марганец	403,07	Медь 510,55	0,05—0,5	
	Никель	341,48	Медь 510,55	2,0—4,0	
БрАМц9—2; БрАМц10—2; БрАЖМц 10—3—1,5; БрАЖН 10—4—4; БрАЖ9—4; БрАЖНМц 9—4—4—1	Алюминий	396,1	Медь 510,55	7,5—11,5	Униполярная дуга
БрБ2; БрБНТ1,9	Цинк	334,5	Медь 510,55	0,4—0,5	Дуга переменного тока
	Олово	326,2	Медь 510,55	0,03—0,2	
	Бериллий	234,8	Медь 510,55	0,1—3,0	Низковольтная искра
	Никель	341,48	Медь 510,55	0,1—2,0	
БрКo1	Кадмий	226,58	Медь 291,12	0,5—1,4	Низковольтная искра
БрХ-1	Никель	341,48	Медь 249,20	0,008—0,003	Дуга переменного тока
	Цинк	334,50	Медь 249,20	0,01—0,10	
	Кремний	288,10	Медь 249,20	0,03—0,10	

Допускается применение других аналитических линий, линий «внутренних стандартов», источников возбуждения спектров при условии получения метрологических характеристик не хуже установленных настоящим стандартом.

Сигналы регистрируют в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Разд. 4. (Измененная редакция, Изм. № 2).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Градуировочные графики строят в координатах: $n - \lg C$ и (или) $n - C$.

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

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, соответствующих двум отсчетам регистрирующего устройства.

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

Контроль точности результатов анализа проводят по ГОСТ 25086 с использованием Государственных отраслевых стандартных образцов или стандартных образцов предприятий.

Разд. 5. (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 20068.2—74
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 8.315—97	2
ГОСТ 8.326—89	2
ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 18242—72	1.2
ГОСТ 25086—87	1.1, 5

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—82, 2—90)