

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Метод спектрального анализа по металлическим
стандартным образцам с фотоэлектрической
регистрацией спектров

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

ГОСТ
20068.2-79*

Взамен
ГОСТ 20068.2—74

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 октября 1979 г. № 4102 срок введения установлен

с 01.07.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 11.06.84 № 1896
срок действия продлен

до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

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 и БрКН1-3 по ГОСТ 18175—78 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 в диапазоне концентраций, указанных в табл. 1.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



* Переиздание (февраль 1985 г.) с Изменением № 1,
утвержденным в июне 1984 г. (ИУС 9—84).

Диапазон определяемых содержаний (концентраций) элементов в зависимости от марки сплава

Марка сплава	Определяемый элемент	Диапазон концентраций, %
БрА5; БрА7	Кремний	0,06—0,15
	Железо	0,2—0,8
	Олово	0,03—0,2
	Мышьяк	0,003—0,02
	Свинец	0,02—0,15
	Цинк	0,2—0,8
	Никель	0,2—0,8
	Марганец	0,4—0,8
БрАМц9-2; БрАМц10-2	Кремний	0,08—0,5
	Олово	0,03—0,5
	Железо	0,2—1,5
	Мышьяк	0,004—0,15
	Свинец	0,015—0,4
	Цинк	0,35—2,0
	Никель	0,2—1,6
	Марганец	0,8—2,9
БрАЖ9-4	Кремний	0,07—0,3
	Олово	0,05—0,4
	Мышьяк	0,005—0,06
	Свинец	0,008—0,07
	Цинк	0,25—1,6
	Никель	0,3—1,5
	Марганец	0,2—1,0
	Железо	1,0—4,5
БрАЖМц10-3-1,5	Кремний	0,07—0,25
	Олово	0,07—0,2
	Свинец	0,015—0,05
	Цинк	0,2—1,0
	Никель	0,3—1,0
	Железо	1,5—4,5
	Марганец	0,4—2,5
	БрАЖН10-4-4; БрАЖНМц9-4-4-1	Кремний
Олово		0,04—0,4
Мышьяк		0,0015—0,09
Свинец		0,015—0,15
Цинк		0,15—0,8
Марганец		0,1—0,8

Продолжение табл. 1

Марка сплава	Определяемый элемент	Диапазон концентраций, %
БрКМц3-1	Олово	0,1—0,4
	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	0,03—0,4
	Алюминий	0,03—0,4
	Железо	0,03—0,4
	Свинец	0,002—0,02
	Никель	0,1—0,8
	Титан	0,05—0,35
БрКН1-3	Алюминий	0,01—0,03
	Олово	0,05—0,2
	Железо	0,05—0,4
	Мышьяк	0,001—0,005
	Свинец	0,08—0,25
	Цинк	0,05—0,25
	Марганец	0,05—0,5
	Никель	2,0—4,0

Таблица 2

Относительные стандартные отклонения (S_r) единичного измерения при анализе примесей и легирующих компонентов в безоловянных бронзах фотоэлектрическим методом

Определяемый элемент	Значения S_r для следующих интервалов концентраций в % по массе						
	От 0,001 до 0,003	От 0,003 до 0,01	От 0,01 до 0,03	От 0,03 до 0,1	От 0,1 до 0,3	От 0,3 до 1,0	Свыше 1,0
Железо	—	—	—	0,07	0,05	0,05	0,03
Марганец	—	—	—	0,08	0,05	0,05	0,03
Кремний	—	—	—	0,07	0,05	0,05	0,03
Свинец	0,08	0,07	0,07	0,06	0,05	—	—
Никель	—	—	—	0,07	0,05	0,05	0,03
Цинк	—	—	—	0,07	0,05	0,05	—
Олово	—	—	0,06	0,05	0,03	—	—
Мышьяк	0,08	0,08	0,07	0,06	—	—	—
Алюминий	—	—	0,08	0,07	0,05	—	—
Титан	—	—	—	0,06	0,05	—	—

Сходимость метода характеризуется относительным стандартным отклонением S_r единичного измерения, приведенным в табл. 2 для доверительной вероятности $P=0,95$.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ 25086—81.

2. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

Фотоэлектрическая установка (квантометр) типа ДФС-10М.
Генератор типа ГЭУ-1.

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 устанавливают 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.

Допускается применять другую аппаратуру, типа ФЭУ, оборудование и материалы при условии обеспечения сходимости повторных результатов анализа не ниже предусмотренной настоящим стандартом.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка анализируемых образцов и СО к анализу должна быть однотипной для каждой серии измерений. Образец должен представлять собой темплет или кусок произвольной формы размером до 40×40×40 мм.

Подготовку образца (или СО) производят зачисткой одной из его граней на плоскость напильником, наждачным кругом или металлорежущим инструментом (станком) без охлаждающей жидкости и смазки. Зачищенная поверхность должна представлять собой плоскую площадку диаметром не менее 10 мм без раковин, царапин, трещин и шлаковых включений. Загрязнение поверхности не допускается.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Анализируемый 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).

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

Марка сплава	Определяемый элемент	Аналитическая линия, нм	Линия «внутреннего стандарта», нм	Диапазон определяемых концентраций, %	Источник возбуждения спектра
БрА7; БрА5	Кремний	288,16	Медь 510,55	0,06—0,15 0,2—0,8 0,03—0,2 0,003—0,02 0,02—0,15 0,2—0,8 0,2—0,8 0,4—0,8	Дуга переменного тока
	Железо	371,99	Медь 510,55		
	Олово	283,99	Медь 510,55		
	Мышьяк	234,98	Фон 228,30		
	Свинец	405,78	Медь 510,55		
	Цинк	472,22	Медь 510,55		
	Никель	341,48	Медь 510,55		
Марганец	403,07	Медь 510,55			
БрАМц9-2; БрАМц10-2	Кремний	288,16	Медь 510,55	0,08—0,5 0,03—0,5 0,2—1,5 0,004—0,15 0,015—0,4 0,35—2,0 0,2—1,6 0,8—2,9	Дуга переменного тока или низковольтная искра Дуга переменного тока Униполярная дуга Низковольтная искра
	Олово	283,99	Медь 510,55		
	Железо	371,99	Медь 510,55		
	Мышьяк	234,98	Фон 228,30		
	Свинец	405,78	Медь 510,55		
	Цинк	472,22	Медь 510,55		
	Никель	341,48	Медь 510,55		
Марганец	482,35	Медь 510,55			
БрЛЖ9-4	Кремний	288,16	Медь 510,55	0,07—0,3 0,05—0,4 0,005—0,06 0,008—0,07 0,25—1,6 0,3—1,5 0,2—1,0 1,0—4,5	Дуга переменного тока или низковольтная искра Дуга переменного тока Униполярная дуга или дуга переменного тока Дуга переменного тока или низковольтная искра Низковольтная искра
	Олово	283,99	Медь 510,55		
	Мышьяк	234,98	Фон 228,30		
	Свинец	405,78	Медь 510,55		
	Цинк	472,22	Медь 510,55		
	Никель	341,48	Медь 510,55		
	Марганец	403,07	Медь 510,55		
Железо	358,12	Медь 510,55			

Продолжение табл. 3

Марка сплава	Определяемый элемент	Аналитическая линия, нм	Линия «внутреннего стандарта», нм	Диапазон определяемых концентраций, %	Источник возбуждения спектра		
БрАЖМц 10-3-1,5	Кремний	288,16	Медь 510,55	0,07—0,25 } 0,07—0,2 } 0,015—0,05 }	Дуга переменного тока или низковольтная искра Униполярная дуга или дуга переменного тока Дуга переменного тока или низковольтная искра		
	Олово	283,99	Медь 510,55				
	Свинец	405,78	Медь 510,55				
	Цинк	472,22	Медь 510,55	0,2—1,0 } 0,3—1,0 }			
	Никель	341,48	Медь 510,55				
	Железо	358,12	Медь 510,55				
	Марганец	482,35	Медь 510,55	1,5—4,5 } 0,4—2,5 }	Низковольтная искра		
	Кремний	288,16	Медь 510,55			0,05—0,3 } 0,04—0,4 } 0,0015—0,09 } 0,015—0,15 } 0,15—0,8 } 0,1—0,8 }	Дуга переменного тока или низковольтная искра Дуга переменного тока Униполярная дуга Дуга переменного тока или низковольтная искра
	Олово	283,99	Медь 510,55				
Мышьяк	234,98	Фон 228,30					
Свинец	405,78	Медь 510,55					
Цинк	472,22	Медь 510,55					
	Марганец	403,07	Медь 510,55	0,1—0,4 } 0,2—0,5 } 0,15—0,05 } 0,2—0,9 } 0,15—0,5 } 2,0—4,0 } 0,5—1,8 }	Дуга переменного тока		
	Олово	283,99	Медь 510,55				
	Железо	371,99	Медь 510,55				
БрКМц3-1	Свинец	405,78	Медь 510,55	0,03—0,4 } 0,03—0,4 } 0,03—0,4 } 0,002—0,02 } 0,1—0,8 } 0,05—0,35 }	Дуга переменного тока		
	Цинк	472,22	Медь 510,55				
	Никель	341,48	Медь 510,55				
	Кремний	288,16	Медь 510,55	0,03—0,4 } 0,03—0,4 } 0,03—0,4 } 0,002—0,02 } 0,1—0,8 } 0,05—0,35 }	Дуга переменного тока		
	Марганец	482,35	Медь 510,55				
	Кремний	288,16	Медь 510,55				
БрБ2; БрБНТ1,7; БрБНТ1,9	Алюминий	396,15	Медь 510,55	0,03—0,4 } 0,03—0,4 } 0,03—0,4 } 0,002—0,02 } 0,1—0,8 } 0,05—0,35 }	Дуга переменного тока		
	Железо	358,12	Медь 510,55				
	Свинец	405,78	Медь 510,55				
	Никель	341,48	Медь 510,55	0,03—0,4 } 0,03—0,4 }	Низковольтная искра		
	Титан	453,31	Медь 510,55				

Продолжение табл. 3

Марка сплава	Определяемый элемент	Аналитическая линия, нм	Линия «внутреннего стандарта», нм	Диапазон определяемых концентраций, %	Источник возбуждения спектра
БрКН1-3	Алюминий	396,15	Медь 510,55	0,01—0,03	Дуга переменного тока Низковольтная искра
	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	
	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	

Между концами электродов, раздвинутыми на $1,5 \pm 0,02$ мм, зажигают дугу переменного тока силой 6—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 ГЭУ—1 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 не менее двух показаний выходного прибора, если содержание примеси находится вблизи границы марочного состава.

Длины волн аналитических линий, линий «внутренних стандартов», диапазон определяемых концентраций элементов и источники возбуждения спектра приведены в табл. 3.

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

Сигналы регистрируются в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

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.

Массовую долю определяемых элементов в пробе находят по градуировочному графику по значению n , вычисленному по двум (трем) отсчетам n .

Для проверки пригодности результатов двух параллельных определений применяют следующий вариант оценки:

$$|x_1 - x_2| \leq 2,5 S_r \bar{x},$$

где S_r — относительное стандартное отклонение единичного определения;

x_1 и x_2 — результаты двух параллельных определений;

\bar{x} — среднее из двух параллельных определений.

Изменение № 2 ГОСТ 20068.2—79 Бронзы безоловянные. Метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотоэлектрической регистрацией спектров

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 24.11.89 № 3442

Дата введения 01.07.90

Вводная часть. Первый абзац после марки БрБНТ1,9 дополнить марками: БрКд1, БрХ-1, БрАЖ9—4;

второй абзац. Заменить слово: «концентраций» на «массовых долей»; после слова «титан» дополнить словами: «бериллий, кадмий».

Таблица 1. Наименование и головка. Заменить слова: «содержаний (концентраций)» на «массовых долей»;

дополнить марками сплавов:

Марка сплава	Определяемый элемент	Значение массовых долей, %
БрАМц9—2; БрАМц10—2; БрАЖМц10—3—1,5; БрАЖН10—4—4; БрАЖ9—4; БрАЖНМц9—4—4—1	Алюминий	7,5—11,5
БрБ2; БрБНТ1,9	Цинк Никель Олово Бериллий	0,04—0,5 0,1—2,0 0,03—0,2 0,1—3,0
БрКол	Кадмий	0,5—1,4
БрХ-1	Никель Цинк Кремний	0,008—0,03 0,01—0,10 0,03—0,10

дополнить абзацем (перед табл. 2): «Сходимость и воспроизводимость результатов анализа характеризуется величинами допускаемых расхождений, приведенными в табл. 2, при доверительной вероятности $P=0,95$ »; таблицу 2 изложить в новой редакции:

Таблица 2

Определяемая примесь	Допускаемые расхождения двух результатов параллельных определений d_2 , %	Допускаемые расхождения 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

Примечания:

1. При проверке выполнения установленных нормативов допускаемых расхождений результатов параллельных определений за $S = (C_1 + C_2)/2$ принимают среднее арифметическое 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 $S = (C_1 + C_2)/2$ принимают среднее арифметическое двух сопоставляемых результатов анализа; последний абзац исключить.

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 25086—81 на ГОСТ 25086—87.

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2: «1.2. Систематическая проверка воспроизводимости результатов анализа проб по ГОСТ 18242—72».

Раздел 2. Первый абзац. Заменить обозначение: ДФС-10М на МФС-8; второй абзац. Заменить обозначение: ГЭУ-1 на УГЭ-4; дополнить абзацем (после шестого): «Стандартные образцы, изготовленные по ГОСТ 8.315—78»;

последний абзац изложить в новой редакции: «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—78».

Пункт 3.1. Первый абзац. Исключить слова: «размером до 40×40×40 мм»; дополнить словами: «Массы пробы и СО не должны отличаться более чем в два раза»;

второй абзац изложить в новой редакции: «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».

Раздел 4. Таблица 3. Наименование и головка. Заменить слова: «концентраций» на «массовых долей», «Диапазон определяемых концентраций» на «Значения массовых долей»;

таблицу 3 дополнить марками сплавов:

Марка сплава	Определяемый элемент	Аналитическая линия, нм	Линия внутреннего стандарта, нм	Значение массовых долей, %	Источник возбуждения спектра
БрАМц9—2; БрАМц10—2; БрАЖМц10—3—1,5; БрАЖН10—4—4; БрАЖ9—4; БрАЖНМц9—4—4—1	Алюминий	396,1	Медь 510,55	7,5—11,5	Униполярная дуга
БрБ2;	Цинк	334,5	Медь 510,55	0,04—0,5	Дуга переменного тока
БрБНТ1,9	Олово	326,2	Медь 510,55	0,03—0,2	
	Бериллий	234,8	Медь 510,55	0,1—3,0	
	Никель	341,48	Медь 510,55	0,1—2,0	
БрКол	Кадмий	226,58	Медь 291,12	0,5—1,4	Низковольтная искра
БрХ-1	Никель	341,48	Медь 249,20	0,008—	Дуга переменного тока
	Цинк	334,50	Медь 249,20	0,003	
	Кремний	288,10	Медь 249,20	0,01—0,10	
			Медь 249,20	0,03—0,10	

второй абзац. Заменить значение: 6—8 А на 3—8 А;

третий абзац. Заменить слова: «От каждого СО и образца получают не менее двух показаний выходного прибора, если содержание примеси находится вблизи границы марочного состава» на «От каждого СО и образца получают по два показания регистрирующего устройства»;

четвертый абзац. Заменить слова: «диапазон определяемых концентраций» на «значение массовых долей»;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Допускается применение других аналитических линий, линий «внутренних стандартов», источников возбуждения спектров при условии получения метрологических характеристик не хуже установленных настоящим стандартом».

Раздел 5. Третий, четвертый абзацы изложить в новой редакции: «За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое 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—87 с использованием государственных, отраслевых стандартных образцов или стандартных образцов предприятий».

(ИУС № 2 1990 г.)