

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Метод спектрального анализа по окисным стандартным образцам с фотографической регистрацией спектра

ГОСТ
20068.3—79

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

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на безоловянные бронзы 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 окисным образцам с фотографической регистрацией спектра.

Метод основан на использовании в качестве анализируемых образцов и стандартных образцов (СО) окисных порошков бронз, получаемых путем растворения металла в азотной кислоте с последующим термическим разложением солей. Спрессованные в таблетки порошковые бронзы или СО на графитовых подставках вводят в дугу постоянного тока. Регистрацию спектров производят с помощью спектрографа. Метод дает возможность производить анализ проб в любом виде.

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

Таблица 1

Марка сплава	Определяемый элемент	Массовая доля, %	Марка сплава	Определяемый элемент	Массовая доля, %
БрА5; БрА7	Мышьяк	0,003—0,02	БрАЖ9-4	Мышьяк	0,005—0,06
	Сурьма	0,001—0,03		Сурьма	0,001—0,01
	Олово	0,03—0,2		Олово	0,05—0,4
	Кремний	0,06—0,15		Кремний	0,07—0,3
	Никель	0,2—0,8		Никель	0,3—1,3
	Свинец	0,02—0,15		Свинец	0,008—0,07
	Железо	0,2—0,8		Цинк	0,25—1,6
	Цинк	0,2—0,8		Марганец	0,2—1,0
	Марганец	0,4—0,8			
БрАМц9-2; БрАМц10-2	Мышьяк	0,004—0,15	БрАЖМц10-3-1,5	Мышьяк	0,005—0,05
	Сурьма	0,001—0,07		Сурьма	0,001—0,005
	Олово	0,03—0,5		Олово	0,07—0,2
	Кремний	0,08—0,5		Кремний	0,07—0,25
	Никель	0,2—1,3		Никель	0,3—1,0
	Свинец	0,02—0,3		Свинец	0,01—0,05
	Железо	0,2—1,5		Цинк	0,2—1,0
	Цинк	0,3—1,6			

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



Продолжение табл. 1

Марка сплава	Определяемый элемент	Массовая доля, %	Марка сплава	Определяемый элемент	Массовая доля, %
БрАЖН10-4-4; БрАЖНМц9-4-4-1	Мышьяк	0,005—0,05	БрКН1-3	Олово	0,05—0,2
	Сурьма	0,001—0,005		Алюминий	0,01—0,1
	Олово	0,04—0,4		Свинец	0,08—0,25
	Кремний	0,05—0,3		Железо	0,05—0,4
	Свинец	0,01—0,1		Цинк	0,05—0,25
	Цинк	0,1—0,8		Марганец	0,05—0,5
БрКМц-3-1	Мышьяк	0,001—0,01	БрБ2; БрБНТ1,7; БрБНТ1,9	Кремний	0,03—0,4
	Сурьма	0,001—0,005		Алюминий	0,03—0,4
	Олово	0,1—0,4		Никель	0,1—0,8
	Никель	0,1—0,5		Свинец	0,001—0,01
	Свинец	0,01—0,05		Железо	0,03—0,4
	Железо	0,2—0,5		Титан	0,05—0,5
	Цинк	0,2—0,9			

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	0,0015+0,12С	0,0020+0,16С
Марганец	0,0039+0,17С	0,0052+0,23С
Кремний	0,12С	0,16С
Свинец	0,0001+0,17С	0,0002+0,23С
Сурьма	0,0001+0,20С	0,0001+0,26С
Никель	0,20С	0,26С
Цинк	0,0026+0,12С	0,0034+0,16С
Олово	0,0008+0,15С	0,0011+0,20С
Мышьяк	0,0001+0,20С	0,0001+0,26С
Алюминий	0,0008+0,17С	0,0010+0,23С
Титан	0,15С	0,20С

П р и м е ч а н и я:

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.

Метод спектрального анализа по окисным стандартным образцам является арбитражным.
(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

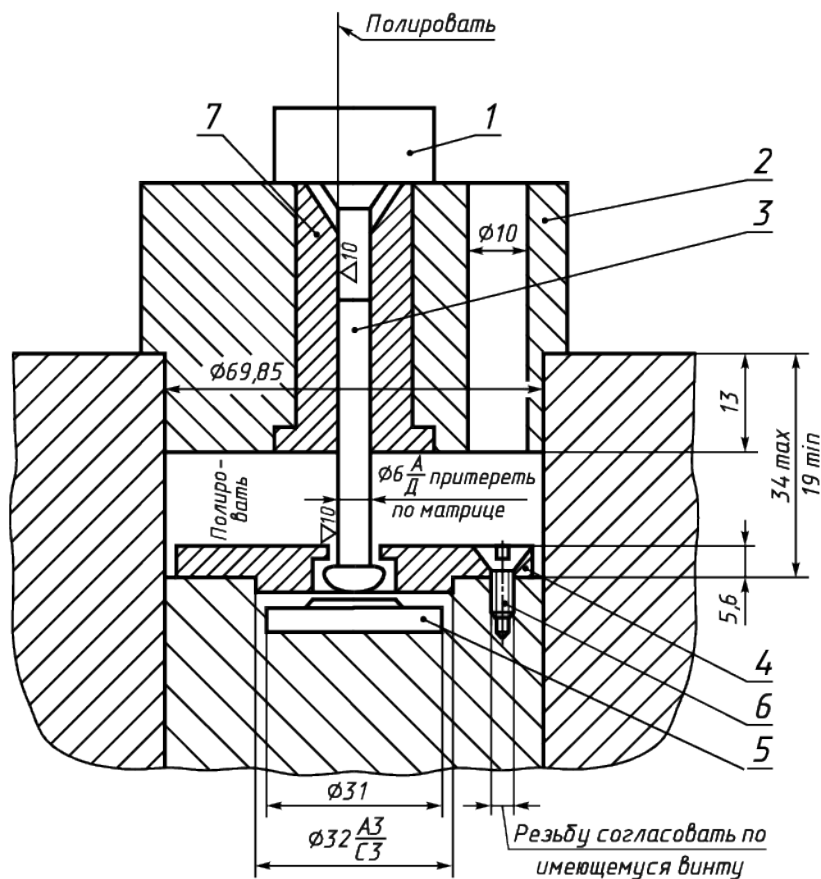
Спектрограф кварцевый или дифракционный средней или большой дисперсии. Допускается использование спектральной аппаратуры с фотоэлектрической регистрацией спектра, если она обеспечивает сходимость результатов анализа, указанную в табл. 2.

Источник постоянного тока для питания дуги, обеспечивающий напряжение 200—400 В и силу тока до 10 А.

Устройство для высокочастотного поджигания дуги постоянного тока от генератора любой системы (ПС-39, ДГ, ИГ).

Микрофотометр, предназначенный для измерения оптических плотностей спектральных линий.

Комплект для прессования порошков



Наименование	Количество	Материал
1. Крышка	1	Ст 45
2. Матрица	1	Ст 3
3. Пуансон	1	Бронза или У7
4. Крышка	1	СТ 45
5. Пята	1	У7
6. Винт	1	Ст 35
7. Втулка	1	Бронза, сталь и прочее

Черт. 1

Пресс масляный, гидравлический или любой другой, обеспечивающий давление 1,5—2 т.

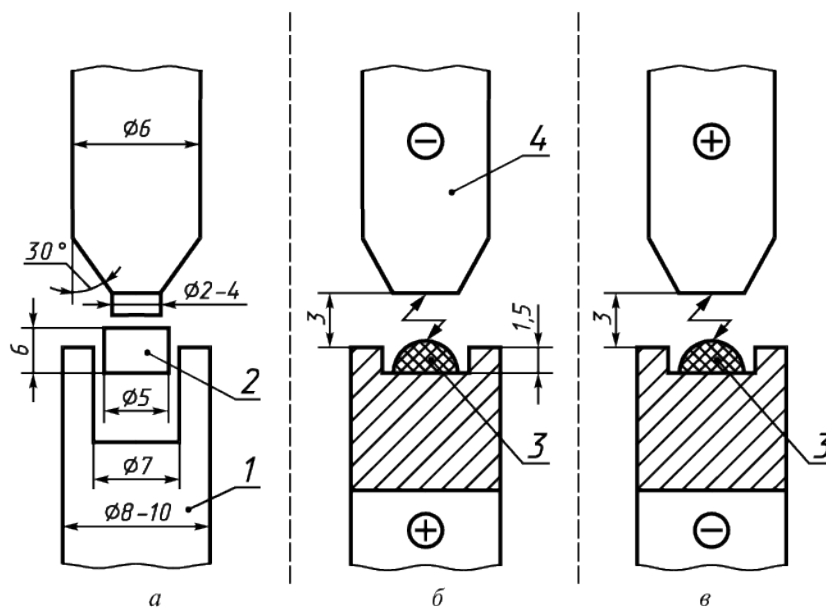
Прессформа из легированной стали (например ХВГ), с пуансоном диаметром 4—6 мм, высотой 50—80 мм (см. черт. 1). Пуансон и внутреннюю поверхность матрицы закаливают и цементируют, после чего тщательно шлифуют и доводят поверхности.

Печь муфельная любого типа с термопарой, позволяющая получать и поддерживать температуру до 800 °С.

Платиновые, фарфоровые или кварцевые выпарительные чашки для растворения и выпаривания проб (для растворения можно применять также колбы или стаканы из жаростойкого стекла).

Графитовые электроды-подставки диаметром 8—10 мм со сферической лункой по диаметру электродов глубиной ($2 \pm 0,2$) мм (см. черт. 2).

Расположение электродов с пробами при съемке спектрограмм



a — расположение и размеры электродов и брикета до экспонирования;
б — съемка в анодном режиме; *в* — съемка в катодном режиме. 1 — графитовая подставка; 2 — брикет; 3 — расплав; 4 — подставной электрод

Черт. 2

Спектральные угли марки С-3 диаметром $(6 \pm 0,2)$ мм.

Стандартные образцы, изготовленные по ГОСТ 8.315.

Сушильный шкаф.

Электроплитка.

Станок с набором фасонных резцов для заточки угольных электродов и электродов-подставок.

Пластинки спектрографические типа 1 или 2 чувствительностью 0,5—5 ед., «Микро» чувствительностью 10—60 ед. и пластинки типа УФС.

Весы аналитические на 200 г с разновесами типа АДВ-200.

Ступка агатовая или из органического стекла.

Бюксы для хранения брикетов.

Пинцеты для захватывания брикетов.

Стеклянные или пластмассовые колпачки для защиты от пыли заточенных электродов.

Магнит типа МВМ 63.

Секундомер или реле времени.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 или 1:3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Метолпара-метиламинофенолсульфат по ГОСТ 25664.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627.

Натрий сернистоокислый по ГОСТ 195.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Натрий серноватистоокислый кристаллический (тиосульфат) по ГОСТ 244.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Проявитель для пластинок спектральных типа 1,2, «Микро», готовят смешиванием равных объемов растворов 1 и 2 перед применением.

Раствор 1; готовят следующим образом: 2,5 г метола, 12 г гидрохинона и 100 г натрия сернистоокислого растворяют в 500—700 см³ воды и доливают водой до 1 дм³.

Раствор 2; готовят следующим образом: 100 г натрия углекислого и 7 г бромистого калия растворяют в 500—700 см³ воды и доливают водой до 1 дм³.

Допускается применение и других контрастных проявителей.