

СПЛАВЫ МАГНИЕВЫЕ

Методы спектрального анализа

ГОСТ
7728—79

Magnesium alloys.
Methods for spectral analysis

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.81

Настоящий стандарт устанавливает методы спектрального анализа для определения основных легирующих компонентов и примесей (алюминия, марганца, цинка, бериллия, меди, кремния, железа, никеля, циркония, кадмия, кальция, церия, лантана, лития, иттрия, неодима, празеодима и индия) в магниевых сплавах (деформируемых и литейных) по ГОСТ 2856 и ГОСТ 14957.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Содержание легирующих компонентов и примесей в сплавах определяют по градуировочным графикам. Предусматривается использование двух методов градуировки приборов:

метода «трех эталонов»;

метода «контрольного эталона».

Регистрация спектра — фотографическая и фотоэлектрическая.

При проведении анализа фотографическим методом градуировочные графики строят в координатах:

$$\Delta S - \lg C; \lg \frac{I_{\text{ан}}}{I_{\text{сп}}} - \lg C; \Delta S - C,$$

где ΔS — разность почернений линий определяемого элемента и элемента сравнения;

C — массовая доля определяемого элемента в стандартных образцах (СО);

$\frac{I_{\text{ан}}}{I_{\text{сп}}}$ — относительная интенсивность линии определяемого элемента и линии сравнения.

При проведении анализов фотоэлектрическим методом градуировочные графики строят в координатах:

$$n - \lg C; n - C,$$

где C — массовая доля определяемого элемента в стандартных образцах;

n — показания выходного измерительного прибора, пропорциональные логарифму относительной интенсивности линий определяемого элемента и линии сравнения.

П р и м е ч а н и е. Для квантометров, в которых показания выходного прибора « n » пропорциональны относительной интенсивности спектральных линий, градуировочный график строят в координатах:

$$\lg n - \lg C \text{ или } n - C.$$

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Для испарения пробы и возбуждения спектра используют искровые и дуговые источники света.

1.3. Для градуировки приборов применяют государственные стандартные образцы (ГСО) № 423-73—429-73; 820-76—823-76; 1797-80—1803-80; 2772-83—2776-83; 740-75—747-75; 740-84 П—744-84 П; 2329-82—2535-82; 2336-82—2343-82.

С. 2 ГОСТ 7728—79

Допускается применение отраслевых стандартных образцов (ОСО) № 1-81—4-81; 9-81—12-81; 5-81—8-81; 62-82—65-82; 74-83—83-83, стандартных образцов предприятий (СОП), а также вновь выпускаемых стандартных образцов состава магниевых сплавов всех категорий.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.4. Проверку правильности определения массовой доли элементов проводят, сравнивая результаты спектрального анализа с результатами анализа, выполненного химическими методами по ГОСТ 3240.0 — ГОСТ 3240.21.

Значение абсолютного допускаемого расхождения в процентах должно быть не более рассчитанного по формуле

$$(C_x - C_a) \leq 2 \sqrt{S_a^2 C_a^2 + S_{ax}^2 C_x^2},$$

где C_x — результат анализа пробы, выполненного химическим методом, %;

C_a — результат анализа пробы, выполненного спектральным методом, %;

S_a — относительное среднее квадратическое отклонение, характеризующее воспроизводимость результатов спектрального анализа;

S_{ax} — относительное среднее квадратическое отклонение, характеризующее воспроизводимость результатов химического анализа.

Такую проверку необходимо проводить не реже одного раза в квартал для каждой анализируемой марки сплава.

1.5. Отбор проб проводят по нормативно-технической документации.

1.4, 1.5. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

2. ФОТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

2.1. Сущность метода

Метод основан на возбуждении спектра дуговым или искровым разрядом с последующей регистрацией его на фотопластинке с помощью спектрографа.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрограф с кварцевой оптикой средней дисперсии типа ИСП-30 и спектрограф типа ДФС-13.

Источники света: искровой генератор типа ИГ-3 или ИВС-23 и дуговой — типа ДГ-2 или ИВС-28.

Микрофотометр типа МФ-2 или ИФО-460.

Ослабители трех- и девятиступенчатые.

Угли спектральные в виде прутков марок ОСЧ-7—3, С-2, С-3 диаметром 6 мм.

Прутки магния марки МГ по ГОСТ 804 диаметром 6—8 мм.

Прутки меди марок М0, М1 по ГОСТ 1535 или по ТУ 16.К71—087—90 диаметром 6—8 мм.

Фотопластинки спектральные типов 1, 2, 3, ЭС, УФС чувствительностью от 3 до 20 единиц, ПФС-01, ПФС-02, ПФС-04, ПФС-05.

Станок токарный настольный.

Приспособление для заточки углей.

Проявитель.

Раствор I:

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — 1000 см³,

метол (пара-метиламинофеносульфат) — 2 г,

натрий сернистокислый (сульфит натрия) кристаллический — 104 г или натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195 — 52 г,

гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627 — 10 г,

калий бромистый по ГОСТ 4160 — 2 г.

Раствор II:

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — 1000 см³,

натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84 — 108 г или

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83 — 54 г.

Перед проявлением растворы I и II смешивают (3:1).

Фиксаж.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — 1000 см³,
 тиосульфат натрия кристаллический (гипосульфит натрия) по ГОСТ 244 — 300 г,
 аммоний хлористый по ГОСТ 3773 — 60 г.

Допускается применение других приборов, оборудования и материалов при условии получения метрологических характеристик, отвечающих требованиям настоящего стандарта.

2.3. Подготовка образцов к анализу

Для анализа используют образцы следующих форм и размеров (после заточки):

прутки диаметром от 5 до 50 мм, длиной 30—100 мм;

в виде «грибка», диска или пластины толщиной не менее 3,5 мм, диаметром 30—50 мм.

Литые образцы получают путем заливки жидкого металла в двухрожковую разъемную изложницу (пальчиковый образец) или в металлическую (или водоохлаждаемую металлическую) изложницу, обеспечивающую получение образцов в виде «грибка». Материал изложницы — чугун или сталь марки Ст.3.

В первом случае диаметр образца должен составлять 5—9 мм, длина 30—100 мм, во втором — диаметр шляпки или диска — 30—50 мм, толщина — не менее 5 мм.

При анализе листов и прутков размерами меньшими, чем предусмотрено стандартом, проводят корректировку градуировочных графиков по СОП, имеющим те же размеры, форму, что и анализируемый образец (АО).

Обыскиваемую поверхность образцов затачивают на плоскость, параметр шероховатости поверхности R_z должен быть не более 20 мкм по ГОСТ 2789.

Слитых образцов в виде «грибка» снимают слой не менее 1,5 мм, с прутковых образцов — 5—10 мм. Если образец имеет плоский торец, допускается снятие слоя на глубину 0,2—0,5 мм.

Подготовка образцов и СО к анализу должна быть однотипной для данной серии измерений. На обработанной поверхности образца не допускаются раковины, царапины, трещины, шлаковые включения. Противоеlectроды затачивают: на сферическую поверхность с радиусом 3—6 мм, конус с углом заточки 120° или усеченный конус с площадкой диаметром 1,0—1,7 мм с углом заточки 40—60°.

2.4. Проведение анализа

Условия проведения анализа фотографическим методом приведены в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Аппаратура, материалы и параметры	Условия проведения анализа				
	Во всех сплавах: Al, Be, In, Y, Cd, Ca, Si, La, Li, Mn, Cu, Nd, Ce, Zn, Zr, Fe	В сплавах марок МА8, МА18—Се, в сплавах марки ВМЛ5—Nd	В сплаве марки МА11—Nd, Pr	Во всех сплавах — примеси Fe, Si, Cu, Ni	В сплаве марки МЛ5пч—Zr
Спектрограф	ИСП-30	ИСП-30	ДФС-13	ИСП-30	ИСП-30
Генератор	Типов ИГ-3, ИВС-23 (схема простая или сложная)	Типов ИГ-3, ИВС-23 (схема простая или сложная)	Типов ИГ-3, ИВС-23 (схема сложная)	Типов ДГ-2, ИВС-28	Типов ИГ-3, ИВС-23 (схема сложная)
Ширина щели, мм	0,015—0,020				
Емкость, мкФ	0,005—0,01	0,01	0,02	—	0,01—0,02
Самоиндукция, мГн	0—0,05	0,05	0,01	—	0,05
Ток, А	1,6—3,0	2,0—3,0	4,0	2,5—4,5	2,0—4,0
Аналитический промежуток, мм	2,0	2,0—2,5	2,0—2,5	1,5—1,8	2,0—2,5
Задающий промежуток разрядника, мм	3,0			0,5—0,8	3,0
Обжиг, с	20—40	30	30	5—10	Без обжига

Аппаратура, материалы и параметры	Условия проведения анализа				
	Во всех сплавах: Al, Be, In, Y, Cd, Ca, Si, La, Li, Mn, Cu, Nd, Ce, Zn, Zr, Fe	В сплавах марок МА8, МА18—Се, в сплавах марки ВМЛ5—Nd	В сплаве марки МА11—Nd, Pr	Во всех сплавах — примеси Fe, Si, Cu, Ni	В сплаве марки МЛ5пч—Zr
Противоэлектрод	Угольный или магниевый			Угольный, магниевый, медный	Угольный или магниевый
Фотопластинки	Типов 1, 2, ЭС	Типов 1, 2, ЭС	Типов 2, 3, ЭС, 1	Типов 2, 3, ЭС, УФШ	Типов 2, 3
Координаты градуировочного графика	$\Delta S - \lg C$ $\lg \frac{I_{ан}}{I_{сп}} - \lg C$	$\Delta S - \lg C$ $\Delta S - C$ $\lg \frac{I_{ан}}{I_{сп}} - \lg C$	$\Delta S - \lg C$ $\Delta S - C$ $\lg \frac{I_{ан}}{I_{сп}} - \lg C$	$\Delta S - \lg C$ $\Delta S - C$ $\lg \frac{I_{ан}}{I_{сп}} - \lg C$	$\lg \frac{I_{ан}}{I_{сп}} - \lg C$

П р и м е ч а н и я:

1. Параметры устанавливаются в пределах указанных значений.
2. Время экспозиции выбирается в зависимости от чувствительности применяемых фотопластинок и должно быть не менее 15 с.
3. Допускается проведение анализа с применением парных электродов, с заточкой одного из электродов на плоскость.
4. При анализе листов и прутков с размерами меньшими, чем предусмотрено стандартом, допускается выбор других режимов работы источников света.
5. При определении массовой доли кальция ниже 0,1 % рекомендуется проводить предварительный обжиг угольных электродов при силе тока 16—18 А.

Длины волн аналитических спектральных линий и диапазоны массовых долей приведены в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Определяемый элемент	Длина волны определяемого элемента, нм	Длина волны линии сравнения, нм	Диапазон определяемых массовых долей, %
Алюминий	I 396,15	I 332,99 307,40 I 291,55	0,01—0,5
	I 394,40		0,5—1,5
	II 358,69		3,0—12,0
	I 308,22		3,0—12,0
Бериллий	II 313,04	I 332,99 307,40 Фон	0,0005—0,01
Железо	I 358,12	I 332,99 307,40 Фон	0,002—0,1
	I 302,06		0,002—0,1
	II 259,94		0,002—0,1
	II 238,20		0,002—0,1
Индий	I 410,17	I 332,99 I 332,99 307,40	0,2—1,0
	I 325,60		0,2—1,0
	I 303,94		0,2—1,0
Иттрий	II 319,56	I 332,99 307,40	1,0—3,0
	II 320,03		1,0—3,0
Кадмий	I 361,05	I 332,99	0,1—1,0
	I 346,62		0,3—2,0
	I 326,11		0,5—2,0