

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 рентгеноспектрального
флуоресцентного определения алюминия**

**ГОСТ
20068.4—88**

Tinless bronze.

X-ray spectral fluorescent method for determination of aluminium

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.89

Настоящий стандарт устанавливает метод рентгеноспектрального флуоресцентного определения алюминия в бронзе марки БрАЖ 9—4 по ГОСТ 18175 по стандартным образцам (при массовой доле алюминия от 7,0 % до 12,0 %).

Рентгеноспектральный флуоресцентный метод определения основан на зависимости интенсивности вторичного характеристического рентгеновского излучения элементов от их процентного содержания в образце, облучаемом первичными лучами рентгеновской трубки. Излучение от пробы поступает в спектрометрические каналы фиксированного типа, в каждом из которых при помощи кристалл-анализатора выделяется характеристическая линия одного элемента, интенсивность которой фиксируется электронно-вычислительным устройством на цифровом табло и записывается шифропечатающей машиной.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

Спектрометр рентгеновский многоканальный типа СРМ-18 или СРМ-20 или аналогичный. Рентгеноспектральные приборы.

Рентгеновские трубки типа БХВ-9, БХВ-12, БХВ-13 с палладиевым анодом или аналогичные. Аргоно-метановая смесь по нормативно-технической документации.

Токарно-винторезный станок типа П611 для заточки стандартных образцов и анализируемых проб.

Комплект Государственных стандартных образцов № 126, ГСО 1720-79—ГСО 1724-79; допускается использовать стандартные образцы предприятия и отраслевые стандартные образцы.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Подготовка проб и стандартных образцов к анализу состоит из идентичной заточки их на токарном станке и протирки анализируемой поверхности техническим спиртом. Заточенная поверхность пробы и стандартного образца должна быть ровной, гладкой, не иметь усадочной раковины, пор, трещин, шлаковых и неметаллических включений.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Спектрометрический канал для анализа алюминия настраивают на длину волны $8339 \cdot 10^{-10}$ м. Угол отражения кристалл-анализатора ЕДдТ составляет $71^{\circ}12'$. В качестве детектора

рентгеновского излучения используется проточный пропорциональный счетчик БДП-3—05 с аргоно-метановым наполнением. Интенсивность аналитической линии алюминия измеряют методом Таймера по K_{α} -серии.

4.2. Режим работы рентгеновской трубки и электронно-вычислительного устройства выбирают в пределах:

- 25—50 кВ — напряжение на трубке;
- 15—100 мА — анодный ток;
- 40—250 — коэффициент усиления;
- 0—9,5 — нижний порог;
- 0,5—9,0 В — ширина окна;
- 4,0—6,0 В — максимум амплитудного распределения;
- 15—200 с — экспозиция.

4.3. Анализируемую пробу помещают в кювету, устанавливают в загрузочную камеру спектрометрической головки, обращая особое внимание на отсутствие перекосов, и закрывают крышку. Дальнейший цикл измерения происходит автоматически. Результаты измерений выводят на цифропечатающую машинку или на ЭВМ. Регистрация интенсивности аналитической линии алюминия от пробы и СО проводится не менее двух раз.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Градуировочные графики строят в координатах $I_{\text{имп./с}}/C$, где $I_{\text{имп./с}}$ — скорость счета или относительная интенсивность флуоресцентного рентгеновского излучения; C — массовая доля определяемого элемента в стандартном образце, %.

Массовую долю алюминия в пробе находят по градуировочному графику, построенному по усредненным результатам не менее чем двух параллельных измерений интенсивности аналитической линии.

5.2. Контроль сходимости результатов анализа

5.2.1. Сходимость результатов анализа характеризуется разностью результатов параллельных определений массовых долей алюминия в анализируемом образце. Абсолютное расхождение результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должно превышать 0,15 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

5.2.2. За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений.

5.2.3. В случае превышения допускаемых значений анализ повторяют.

5.3. Контроль воспроизводимости результатов анализа

5.3.1. Воспроизводимость результатов анализа характеризуется абсолютным расхождением результатов анализа (D — показатель воспроизводимости), полученных в двух разных лабораториях или в одной лаборатории, но при различных условиях.

5.3.2. Абсолютное расхождение результатов двух анализов не должно превышать 0,20 %.

5.3.3. Если расхождение результатов первичного и повторного анализа D (или анализов, полученных в двух различных лабораториях) не превышает допускаемого значения, то воспроизводимость измерений считают удовлетворительной.

5.4. Контроль точности результатов анализа

5.4.1. Контроль точности результатов анализа алюминия в бронзе марки БрАЖ 9—4 проверяют по Государственным стандартным образцам (комплект № 126), проведенным через весь ход анализа.

Результаты анализа проб считаются точными, если абсолютная разность найденной и аттестованной массовых долей алюминия в бронзе марки БрАЖ 9—4 не превышает 2/3 абсолютного допускаемого расхождения результатов двух анализов.

При разногласиях в оценке качества бронзы марки БрАЖ 9—4 определение алюминия проводят по ГОСТ 15027.2.