

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ МЕДНО-ЦИНКОВЫЕ

Метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам
с фотоэлектрической регистрацией спектра

ГОСТ
9716.2—79

Copper-zinc alloys. Method spectral analysis of metal standard spesimens
with photoelectric registration of spectrum

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт устанавливает метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам (СО) с фотоэлектрической регистрацией спектра и распространяется на латуни марок ЛС59—1, Л63, ЛО70—1, Л96, Л68, Л60, Л70, Л80, Л90, ЛС 64—2, ЛАМш 77—2—0,05, ЛАЖ 60—1—1, ЛАН 59—3—2 по ГОСТ 15527.

Метод основан на возбуждении спектра дуговым разрядом переменного тока с последующей регистрацией его оптическим квантометром. Метод позволяет определять в латунях железо, свинец, никель, алюминий, олово, кремний, мышьяк, марганец, висмут, сурьму с интервалом массовых долей, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Марка сплава	Определяемый элемент	Массовая доля, %
ЛС59—1, ЛС 60—1, ЛС 63—3, ЛС 64—2, ЛС 74—3	Железо	0,01—0,8
	Свинец	0,03—3,2
	Никель	0,05—1,1
	Олово	0,06—1,6
	Алюминий	0,025—0,2
	Кремний	0,03—0,6
	Сурьма	0,003—0,03
	Висмут	0,002—0,008
	Фосфор	0,006—0,03
Л60, Л63, Л68, Л70, Л80, Л85, Л90, Л96, ЛАМш 77—2—0,05	Железо	0,01—0,3
	Свинец	0,008—0,15
	Никель	0,05—0,6
	Олово	0,01—0,20
	Мышьяк	0,003—0,06
	Висмут	0,001—0,006
	Сурьма	0,001—0,012
	Фосфор	0,009—0,02
	Кремний	0,01—0,2
	Алюминий	0,01—2,51



Продолжение табл. 1

Марка сплава	Определяемый элемент	Массовая доля, %
ЛО 60—1, ЛО 62—1, ЛО 70—1, ЛО 90—1	Железо	0,01—0,15
	Свинец	0,01—0,1
	Олово	0,9—1,6
	Никель	0,09—0,5
	Сурьма	0,002—0,015
	Висмут	0,001—0,007
ЛА 77—2	Железо	0,013—0,15
	Свинец	0,02—0,09
	Никель	0,097—1,35
	Сурьма	0,0025—0,01
	Кремний	0,004—0,2
	Алюминий	1,2—3,0
	Марганец	0,009—1,35
	Висмут	0,001—0,008
	Фосфор	0,01—0,03
ЛАЖ 60—1—1, ЛАН 59—3—2, ЛМцА 57—3—1, ЛМц 58—2, ЛАНКМц 75—2—2,5—0,5—0,5	Железо	0,038—1,5
	Свинец	0,017—0,5
	Никель	1,38—3,84
	Алюминий	0,33—4,10
	Кремний	0,16—0,98
	Марганец	0,095—3,7
	Сурьма	0,002—0,015
	Висмут	0,001—0,008

Интервал определяемых массовых долей элементов может быть расширен как в меньшую, так и в большую сторону за счет применения СОП и в зависимости от применяемой аппаратуры и методик анализа.

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

Таблица 2

Определяемая примесь	Допускаемые расхождения двух результатов параллельных определений, %	Допускаемые расхождения двух результатов анализа, %
Свинец	$0,0012 + 0,15C$	$0,0016 + 0,20C$
Железо	$0,0013 + 0,17C$	$0,0017 + 0,23C$
Олово	$0,025 + 0,17C$	$0,0033 + 0,23C$
Никель	$0,0052 + 0,20C$	$0,0069 + 0,26C$
Алюминий	$0,0007 + 0,22C$	$0,0009 + 0,29C$
Мышьяк	$0,25C$	$0,33C$
Кремний	$0,0024 + 0,22C$	$0,0031 + 0,29C$
Висмут	$0,0001 + 0,23C$	$0,0001 + 0,30C$
Сурьма	$0,0001 + 0,23C$	$0,0001 + 0,30C$
Марганец	$0,0011 + 0,17C$	$0,0015 + 0,23C$

Примечания:

- 1. При проверке установленных нормативов допускаемых расхождений двух результатов параллельных определений за $C = (C_1 + C_2)/2$ принимают среднее арифметическое первого и второго результатов параллельных определений данной примеси в одной и той же пробе.
- 2. При проверке выполнения установленных нормативов допускаемых расхождений двух результатов анализа за $C = (C_1 + C_2)/2$ принимают среднее арифметическое двух результатов анализа одной и той же пробы, полученных в разное время.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

Фотоэлектрическая установка (квантометр) типа ДФС-36 или МФС-8.

Генератор типа УГЭ-4 или ИВС-28.

Для регистрации излучения с помощью квантометра ДФС-36 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» используют фотоумножители типа ФЭУ-4 и фотоэлементы Ф-1. Для регистрации излучения с помощью квантометра МФС-8 аналитических линий и «внутренних стандартов» (см. табл. 3 и 3а) применяют фотоумножители типа ФЭУ-39А.

Таблица 3

Определяемый элемент	ДФС-36		МФС-8	
	Длина волны линии определяемого элемента, нм	Длина волны линии «внутреннего стандарта», нм	Длина волны линии определяемого элемента, нм	Длина волны линии «внутреннего стандарта», нм
Свинец	405,78	Фон 316,5 или медь 510,55	283,31	Медь 249,22
Железо	371,99 или 302,06	Фон 316,5 или медь 510,55	259,93	Медь 249,22
Олово	283,99 или 317,51	Фон 316,5 или медь 510,55	317,51	Медь 249,22
Алюминий	394,40 или 396,15	Фон 316,5 или медь 510,55	309,27	Медь 249,22
Никель	341,48	Фон 316,5 или медь 510,55	341,48	Медь 249,22
Кремний	288,16	Фон 316,5 или медь 510,55	251,61	Медь 249,22
Мышьяк	234,98	Фон 228,3	234,98	Фон 228,3

Таблица 3а

Определяемый элемент	МФС-8	
	Длина волны линии определяемого элемента, нм	Длина волны линии «внутреннего стандарта», нм
Марганец	293,30	Медь 510,55
Сурьма	231,147	Медь 510,55
Висмут	306,772	Медь 249,22
		Медь 510,55
Свинец	405,78	Медь 510,55
Свинец	363,95	Медь 510,55

Электроды из меди марки М1 или из угля марки С3 в виде прутков диаметром 6—7 мм, заточенные на полусферу или усеченный конус с площадкой диаметром 1,5—1,7 мм.

Приспособление для заточки угольных или медных электродов, например, 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 других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

Средства измерения должны быть аттестованы в соответствии с ГОСТ 8.326.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка проб и СО к анализу должна быть однотипной для каждой серии измерений. 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 фотографировании каждого спектра зачищенная поверхность должна представлять собой плоскую площадку диаметром не менее 10 мм без раковин, царапин, трещин и шлаковых включений. Перед фотографированием спектров для снятия поверхностных загрязнений анализируемые образцы и СО протирают этиловым спиртом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Пробу 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).

Между концами электродов, раздвинутыми на $(1,50 \pm 0,02)$ мм, зажигают дугу переменного тока силой 3—8 А, питаемую с помощью стандартного генератора УГЭ-4, к квантометру ДФС-36 от сети (220 ± 5) В или с помощью стандартного генератора ИВС-28 к квантометру МФС-8 от сети (220 ± 5) В.

При определении всех элементов во всех марках латуней (см. табл. 1) с помощью квантометра МФС-8 или ДФС-36 используют дуговой режим возбуждения спектра.

Метод управления фазовый с фазой поджига 90° . Время предварительного обжига составляет 10—15 с, время экспозиции 15—40 с. Ширина входной щели квантометра ДФС-36—0,02—0,07 мм. Ширина раскрытой щели полихроматора МФС-8 составляет 0,02 мм. Освещение входной щели квантометров ДФС-36 и МФС-8 производится с помощью растрового конденсора.

От каждого СО и пробы получают по два показания регистрирующего устройства.

Длины волн аналитических линий и линий «внутренних стандартов» приведены в табл. 3.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

Основным методом, рекомендуемым для выполнения анализа, является метод «трех эталонов». Допускается применение других методов построения графика, например, метода твердого градуировочного графика, метода контрольного эталона и др.

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 (при доверительной вероятности $P = 0,95$).

Контроль точности результатов анализа проводят по ГОСТ 25086 с использованием государственных, отраслевых, стандартных образцов или стандартных образцов предприятия.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР
РАЗРАБОТЧИКИ

А.М. Рыгиков, М.Б. Таубкин, А.А. Немодрук, М.П. Бурмистров, И.А. Воробьева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.12.79 № 5045

3. ВЗАМЕН ГОСТ 9716.2—75

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.315—97	Разд. 2
ГОСТ 8.326—89	Разд. 2
ГОСТ 15527—70	Вводная часть
ГОСТ 25086—87	1.1, 5.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—12—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (октябрь 1998 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1990 г. (ИУС 11—90)