

## О Т Р А С Л Е В О Й   С Т А Н Д А Р Т

---

ОПРЕДЕЛЕНИЕ БОРА В НИКЕЛЕВЫХ  
СПЛАВАХ СПЕКТРАЛЬНЫМ МЕТОДОМ

ОСТІ 90067-72

Взамен Инструкции  
№ 888-66

---

Срок введения установлен с I/III-1973 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод количественного определения бора в никелевых сплавах марок ЭИ617, ЭИ867, ЭИ598, ЭИ437Б, ЭИ929, ЭП109, ЭП220, ЖС6, ЖС6К, ЖС6КП и ЖС6У.

Интервал определяемых концентраций бора составляет (%):

ЭИ437Б	-	0,003-0,02
ЭИ617	-	0,003-0,02
ЭИ598	-	0,003-0,02
ЭИ929	-	0,007-0,07

Рег. № ВИС - 1595 от 31/X-1972 г.

---

Утвержден МАП - 28/IX-1972 г.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

ЭП109	-	0,008-0,08
ЭП220	-	0,007-0,07
ЭИ867	-	0,008-0,08
ЖС6	-	0,006-0,04
ЖС6К	-	0,01 -0,07
ЖС6КП	-	0,003-0,05
ЖС6У	-	0,015-0,06

## I. Аппаратура и материалы

I.1. Определение бора осуществляется фотографическим и фотоэлектрическим методами.

I.2. При фотографическом методе применяется следующая аппаратура:

- а) спектрограф ИСП-30 или другие спектрографы средней дисперсии;
- б) источник возбуждения спектра - генератор типа ДГ-2;
- в) микрофотометр МФ-2 или МФ-4 для измерения плотности почернения аналитических линий;
- г) спектропроектор ПС-18 и др. для просмотра спектрограмм.

I.3. При фотоэлектрическом методе применяется следующая аппаратура:

- а) квантометры типа ДФС-10 или ДФС-36;
- б) источник возбуждения спектра - генератор с электронным управлением типа ГЭУ-1 или универсальный генератор с электронным управлением УГЭ-4.

## 2. Подготовка образцов и электродов к анализу

2.1. Для анализа используются комплекты стандартных образцов, выпущенные ВИАМом и ВНИИСО.<sup>х/</sup>

---

х/ При анализе сплава ЭИ598 применяется комплект эталонов сплава ЭИ617; при анализе сплава ЭП220 применяется комплект эталонов сплава ЭИ929.

2.2. Стандартные образцы и пробы затачиваются на плоскость на токарном станке типа ТВ-16 или на наждачном круге (ГОСТ 2424-67, III - круги плоскопараллельные).

Анализируемая поверхность должна быть плоской, не иметь раковин, трещин, пор и других дефектов. Чистота обработки должна соответствовать  $\nabla$  4-5.

2.3. Для анализа используются противоэлектроды из медной проволоки марки М0, М1 (ГОСТ 859-66) и угольные электроды марки ВЗ диаметром 6 мм, заточенные на полусферу.

### 3. Методика проведения анализа

3.1. При определении бора в никелевых сплавах применяется метод трех эталонов.

3.2. Градуировочные графики строятся в следующих координатах:

а) при фотографическом методе анализа -  $\Delta S, \lg C$  (где  $\Delta S$  - разность почернений аналитической линии и линии сравнения;  $C$  - концентрация элемента в пробе);

б) при фотоэлектрическом методе анализа -  $n, \lg C$  (где  $n$  - показание, полученное с выходного прибора измерительной схемы).

3.3. Экспозиция подбирается в зависимости от чувствительности фотопластинок.

3.4. Методические условия приведены в таблице.

### 4. Обработка результатов

4.1. Результаты анализа получают как среднее арифметическое из 2-3 параллельных определений.

4.2. Определение содержания бора производится с помощью градуировочного графика, построенного по стандартным образцам.

4.3. Воспроизводимость анализа, выраженная средней квадратичной относительной ошибкой единичного определения (коэффициентом вариации), для фотографического метода не превышает 10%,

для фотоэлектрического - 6%.

4.4. Если в ряду параллельных определений есть результат, отклоняющийся от среднего арифметического на величину, превышающую по абсолютному значению двухкратную погрешность анализа (2  $\sigma$ ), то анализ образца повторяют.

#### 5. Техника безопасности

5.1. При проведении анализа необходимо руководствоваться "Правилами по устройству и содержанию лабораторий и пунктов спектрального анализа", утвержденными Президиумом АН СССР 29/VI-53 г. и согласованными с ВЦСПС.

Верно - *Кузнецова* (Кузнецова)

## ПРИЛОЖЕНИЕ

Состав проявителя и закрепителя для обработки  
фотоматериалов

## Проявитель

## Раствор № 1

	вес, г
Вода дистиллированная .....	1500
Метол (ГОСТ 24-60) .....	2
Сульфат кристаллический .....	104
или безводный ( $K_2SO_3$ , ГОСТ 195-66) .....	52
Гидрохинон (ГОСТ 2459-60) .....	10
Бромистый калий (ГОСТ 4160-65) .....	2

## Раствор № 2

Вода дистиллированная .....	500
Сода кристаллическая .....	108
или безводная ( $K_2CO_3$ , ГОСТ 83-63) .....	54

Перед проявлением слить 3 части раствора № 1 (150 г)  
и одну часть раствора № 2 (50 г).

## Закрепитель

Вода дистиллированная .....	1000
Гипосульфит .....	300
Хлористый аммоний (ГОСТ 3773-60) .....	50

## МЕТОДИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ АНАЛИЗА

Таблица

НАИМЕНОВАНИЕ АППАРАТУРЫ И КОНТРОЛИРУЕМЫЕ ПАРАМЕТРЫ	СПОСОБ РЕГИСТРАЦИИ СПЕКТРА	
	фотографический	фотоэлектрический
Спектральный прибор	Спектрограф ИСП-30, ИСП-28 и др.	ДФС-10М, ДФС-36
Освещение щели	Трехлинзовая система	Растровая система
Ширина щели	0,012 мм	Ширина входной щели 0,015-0,04 мм Ширина выходной щели 0,10 мм
Источник света	ДГ-2, ДГ-1; режим дуги переменного тока	ГЭУ-1, УГЭ-4; режим дуги переменного тока
Сила тока	3-5 а	3-5 а
Промежуток разрядника	0,5-0,6 мм	5-7 мм
Аналитический промежуток	1,5 мм	1,5 мм
Продолжительность обжига	5-10 сек	5-10 сек
Продолжительность экспозиции	15-30 сек (в зависимости от чувстви- тельности фотопластинок)	15-30 сек
Фотоматериал	Пластинки спектрографические, тип I чувствительностью 3-6 ед. или тип ЭС чувствительностью 6-10 ед.	-
Обработка фотоматериала	Проявитель метолгидрохиноновый, фиксаж (см. приложение)	-
Противоэлектрод	Медный или угольный стержень $\phi$ 6 мм заточенный на полусферу	Медный или угольный стержень $\phi$ 6 мм, заточенный на полусферу
Аналитическая линия	IV 249,67 нм	IV 249,67 нм
Линия сравнения	I Ni 254,0 нм или I Ni 245,3 нм	I Ni 341,4 нм
Система координат градуировочного графика	Разность почернений ( $\Delta J$ ), логарифм концентрации ( $log c$ )	Показания измерительного прибора ( $\gamma$ ), логарифмы концентрации
Воспроизводимость результатов анализа (коэффициент вариации)	10%	6%

Верно - *Кузнецова* (Кузнецова)

Заказ I233/26. 17.XI.72 г. Рассылается по списку. Тираж 470 экз:

Множительная база