

**БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ**  
**Методы определения кремния**

**ГОСТ**  
**1953.9—79**

Tin bronze. Methods for the determination of silicon

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения кремния (от 0,001 % до 0,1 %), фотометрический метод определения кремния (от 0,01 % до 0,3 %) и спектральный полуколичественный метод определения кремния (от 0,0005 % до 0,003 %) в оловянных бронзах по ГОСТ 5017, ГОСТ 614 и ГОСТ 613.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

### 2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ (от 0,001 % до 0,1 %)

#### 2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании кремнемолибденовой кислоты, экстракции ее бутиловым спиртом, восстановлении ее в экстракте до кремнемолибденовой сини и измерении интенсивности образовавшейся окраски.

Методика применима для определения кремния в присутствии фосфора, не превышающем 5-кратного избытка по отношению к кремнию.

#### 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

рН-метр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:2 (прокипяченная).

Кислота серная по ГОСТ 4207, разбавленная 1:9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Смесь кислот: соляную кислоту смешивают с азотной в соотношении 3:1.

Кислота фтористоводородная.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 500 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота борная, насыщенный раствор: 60 г борной кислоты растворяют 1 дм<sup>3</sup> горячей воды и после охлаждения используют отстоявшийся раствор.

Аммиак водный ос. ч. и по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1 и 1:100.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Издание официальное

★

Перепечатка воспрещена

5-1\*

67

## С. 2 ГОСТ 1953.9—79

Перекристаллизацию проводят: 250 г молибденовокислого аммония растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды при нагревании до 70—80 °С, добавляют аммиак до явного запаха и горячий раствор фильтруют два раза через один и тот же плотный фильтр в стакан, содержащий 300 см<sup>3</sup> этилового спирта.

Раствор охлаждают до 10 °С и дают отстояться в течение 1 ч. Выпавшие кристаллы отфильтровывают на воронку Бюхнера под вакуумом, создаваемым водоструйным насосом. Кристаллы промывают 2—3 раза этиловым спиртом, порциями по 20—30 см<sup>3</sup>, высушивают на воздухе.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Олово двухлористое, раствор 100 г/дм<sup>3</sup> готовят: 10 г двухлористого олова растворяют в 100 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1) при нагревании до 80—90 °С.

Промывной раствор: к 50 см<sup>3</sup> серной кислоты добавляют 1,5 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония.

Калий-натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий кремнекислый мета.

Спирт бутиловый нормальный по ГОСТ 6006.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428.

Стандартные растворы кремния:

Приготовление из кремнекислого натрия: 0,5 г растворяют в 20 см<sup>3</sup> раствора углекислого натрия в платиновой чашке, охлаждают, помещают в полиэтиленовый сосуд, разбавляют водой до 500 см<sup>3</sup> и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,0001 г кремния.

Точное содержание кремния устанавливают гравиметрическим методом.

Приготовление из двуокиси кремния: 0,2143 г прокаленной двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 2 г калия-натрия углекислого. Плав выщелачивают водой, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой, перемешивают и немедленно переносят в полиэтиленовый сосуд.

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,0002 г кремния.

Точное содержание кремния устанавливают гравиметрическим методом.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску бронзы (табл. 1) помещают в полиэтиленовый или тефлоновый или в фторопластовый стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 15—30 капель фтористоводородной кислоты, 15 см<sup>3</sup> смеси кислот, накрывают полиэтиленовой или фторопластовой крышкой и растворяют на холоду, а затем на водяной бане при нагревании до 60 °С и выдерживают при этой температуре 20—30 мин. Затем открывают крышку и держат еще 15 мин.

После растворения раствор охлаждают, добавляют 30 см<sup>3</sup> борной кислоты, через 20 мин смесь переносят через полиэтиленовую воронку в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, содержащую 30 см<sup>3</sup> борной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор немедленно переносят в стакан, в котором проводили растворение. Предварительно устанавливают рН в растворах аликвотных частей на рН-метре следующим образом: в полиэтиленовый стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают аликвотную часть раствора (табл. 1), добавляют воды до объема ~50 см<sup>3</sup> и с помощью раствора аммиака (ос. ч.) устанавливают рН = 1,0—1,2, добавляют раствор аммиака по каплям, фиксируя число капель, пошедших на операцию.

Таблица 1

Массовая доля кремния, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см <sup>3</sup>	Масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г
От 0,001 до 0,01 включ.	1	50	0,5
Св. 0,01 * 0,025 *	0,5	20	0,1
* 0,025 * 0,05 *	0,5	10	0,05
* 0,05 * 0,1 *	0,25	10	0,025

Аликвотную часть раствора (табл. 1) для анализа помещают в делительную воронку вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доливают воды до ~50 см<sup>3</sup> и устанавливают рН = 1,0—1,2, используя предварительные данные. В раствор по каплям при перемешивании добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония и оставляют стоять 10 мин. Затем добавляют 5 см<sup>3</sup> лимонной кислоты, 10 см<sup>3</sup> прокипяченной

азотной кислоты (1:2), 30 см<sup>3</sup> бутилового спирта и экстрагируют кремнемолибденовую гетерополиоксиду, осторожно переворачивая воронку 30 раз. После расслоения водный слой отбрасывают, а к органическому слою добавляют 50 см<sup>3</sup> промывной жидкости и промывают, переворачивая воронку 10—15 раз. Водный слой отбрасывают, а органический переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют бутиловый спирт, 7—8 капель раствора двухлористого олова, доливают до метки бутиловым спиртом и энергично встряхивают. В течение 5 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре с красным светофильтром ( $\lambda_{\text{эф}} = 600\text{—}630$  нм) или на спектрофотометре при 635 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см. В качестве раствора сравнения используют бутиловый спирт. Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт и найденное в нем значение оптической плотности вычитают из значения оптической плотности пробы.

#### 2.3.2. Построение градуировочного графика

В пять из шести полиэтиленовых, тефлоновых или фторопластовых стаканчиков помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора кремния (0,0001 г/дм<sup>3</sup>) или 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора кремния (0,0002 г/дм<sup>3</sup>). Во все стаканчики добавляют по 15 капель фтористоводородной кислоты, по 7—8 см<sup>3</sup> смеси кислот, помещают на водяную баню, нагревают до 60 °С и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

Аликвотная часть раствора, взятая на измерение, для каждой точки градуировочного графика составляет 10 см<sup>3</sup>.

В качестве раствора сравнения используют раствор, не содержащий кремния. Градуировочный график строится из расчета его массовой доли в аликвотной части раствора.

### 2.4. Обработка результатов

#### 2.4.1. Массовую долю кремния ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}$$

где  $m_1$  — масса кремния в пробе, найденная по градуировочному графику, г;

$m_2$  — масса кремния в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений ( $d$  — показатель сходимости при  $n = 3$ ), указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля кремния, %	$d$ , %	$D$ , %	Массовая доля кремния, %	$d$ , %	$D$ , %
От 0,001 до 0,005 включ.	0,0008	0,001	От 0,05 до 0,10 включ.	0,008	0,01
Св. 0,005 * 0,01 *	0,001	0,001	Св. 0,10 * 0,20 *	0,012	0,02
* 0,01 * 0,02 *	0,002	0,003	* 0,20 * 0,30 *	0,02	0,03
* 0,02 * 0,05 *	0,005	0,007			

2.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — показатель воспроизводимости) не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

2.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок, в соответствии с ГОСТ 25086.

Разд. 2 (Измененная редакция, Изм. № 2).

## 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

### 3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтой кремнемолибденовой кислоты и измерении оптической плотности полученного раствора.

### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

pH-метр.

## С. 4 ГОСТ 1953.9—79

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:2.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, разбавленная 1:9.

Кислота борная по ГОСТ 9656, насыщенный раствор; готовят следующим образом: около 60 г борной кислоты растворяют в 1 дм<sup>3</sup> горячей воды.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Медь по ГОСТ 859, марки М0 или М00.

Мочевина по ГОСТ 6691, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Кристаллический фиолетовый водный раствор 1 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, перекристаллизованный, свежеприготовленный раствор 100 г/дм<sup>3</sup> (перекристаллизацию см. п. 2.2).

Натрий-калий углекислый.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428.

Стандартные растворы кремния. Раствор А; готовят следующим образом: 0,2143 г прокаленной двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 2 г натрия-калия углекислого в течение 1 ч при 1100 °С. Плав выщелачивают водой, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, до метки наливают водой и перемешивают. Раствор немедленно переносят в полиэтиленовый сосуд.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0002 г кремния.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают. Раствор немедленно переносят в полиэтиленовый сосуд.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00002 г кремния.

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску бронзы массой 1 г помещают в платиновый или фторопластовый тигель, прибавляют 1 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты; 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:2, и накрывают платиновой или фторопластовой крышечкой. Растворение проводят при нагревании на водяной бане при 60 °С. По окончании растворения в тигель прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты и раствор переносят (через полиэтиленовую воронку) в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, в которую уже добавлено 20 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

20 см<sup>3</sup> полученного раствора (при массовой доле кремния от 0,01 % до 0,07 %), 10 см<sup>3</sup> (при массовой доле кремния от 0,07 % до 0,15 %) и 5 см<sup>3</sup> (при массовой доле кремния от 0,15 % до 0,30 %) помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> и нейтрализуют аммиаком при постоянном перемешивании до pH 1,0—1,2. В раствор, имеющий pH 1,0—1,2, прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора мочевины и оставляют на 10 мин, затем добавляют 2,5 см<sup>3</sup> раствора молибденовокислого аммония и оставляют на 10 мин. После этого вводят 5 см<sup>3</sup> раствора лимонной кислоты, 3 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> и до метки доливают водой. Раствор перемешивают и через 15 мин измеряют оптическую плотность на фотозлектроколориметре с синим светофильтром в кювете с толщиной поглощающего слоя 3 или 5 см или на спектрофотометре при длине волны 400 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см.

В качестве раствора сравнения используют раствор того же образца без добавления раствора молибденовокислого аммония.

Из полученного значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа и измеренного против воды.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

### 3.3.2. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью по 50 см<sup>3</sup> помещают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см<sup>3</sup> раствора Б кремния, разбавляют водой до 20 см<sup>3</sup> и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

## 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю кремния ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100,$$

где  $m_1$  — масса кремния, найденная по градуировочному графику, г;  
 $m$  — навеска бронзы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений ( $d$  — показатель сходимости при  $n = 3$ ), указанных в табл. 2.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.4.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

3.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок, в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4.3, 3.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

#### 4. ПОЛУКОЛИЧЕСТВЕННЫЙ СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРЕМНИЯ

##### 4.1. Сущность метода

Пробы или СО массой  $(0,50 \pm 0,05)$  г подвергают предварительному окислению расплавлением на катоде дуги постоянного тока в атмосфере кислорода.

Окисленный образец помещают на графитовую подставку и между ним и подставным электродом из чистой меди или угля возбуждают дугу постоянного тока. Спектр дуги фотографируют с помощью спектрографа, измеряют интенсивности аналитических линий и фона и по методу «трех эталонов» находят концентрацию кремния. Если линия анализируемого элемента в пробе отсутствует или значительно слабее по интенсивности линии в стандартном образце, оценка концентрации кремния проводится полуколичественно.

##### 4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрограф ИСП-22.

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 и фона.

Пресс масляный, гидравлический или любой другой, обеспечивающий усилие по штоку в 1,5—2 г с пресс-бумагой, обеспечивающей получение прессованных таблеток из металлической стружки диаметром 5—7 мм и массой  $(0,50 \pm 0,05)$  г.

Электроды-подставки графитовые диаметром 8—10 мм.

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

Приспособление для заточки угольных или медных электродов, например станок модели КП-35.

Кислородная камера для окисления СО и проб.

Баллон с кислородом, снабженный редуктором.

Пластины спектрографические типа 1 или 2 чувствительностью 0,5—5 ед. Монохроматическая чувствительность 10—60 ед.

Электроплитка или песчаная баня.

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

Бюксы или тигли фарфоровые для хранения окисленных таблеток.

Пинцеты для захватывания таблеток.

Колпачки стеклянные или пластмассовые для защиты от пыли заточенных электродов.

Магнит типа МВМ-63.

Секундомер или реле времени.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Метол (пара-метиламинофенолсульфат).

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627.

Натрий сернистокислый по ГОСТ 195.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Натрий серниоватистокислый кристаллический (тиосульфат) по ГОСТ 244.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

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

Раствор 1: 2,5 г метола, 12 г гидрохинона и 100 г натрия сернистокислового растворяют в 500—700 см<sup>3</sup> воды и доливают водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Раствор 2: 100 г углекислого натрия и 7 г бромистого калия растворяют в 500—700 см<sup>3</sup> воды и доливают до 1 см<sup>3</sup>.

Допускается применение и других контрастных проявителей.

Фиксажный раствор: 300 г тиосульфата натрия, 25 г сернистокислового натрия и 8 см<sup>3</sup> уксусной кислоты растворяют в 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды.

#### 4.3. Подготовка к анализу

Пробу и СО в виде таблеток массой  $(0,5 \pm 0,05)$  г диаметром 5—7 мм и высотой 2 мм вытачивают на токарном станке.

Пробы могут быть спрессованы из стружки. Стружку предварительно отмагничивают. Затем стружку и СО в виде таблеток очищают от поверхностных загрязнений — травлением в азотной кислоте. Стружку и таблетки СО промывают в дистиллированной воде и сушат. При прессовании таблеток из стружки матрицу и пуансон тщательно очищают от остатков ранее спрессованной пробы (промывают водой и протирают спиртом). Приготавливают не менее двух таблеток проб и СО.

Проводят окисление СО и проб в кислородной камере: все детали кислородной камеры и графитовые подставки для проб и СО очищают от окислов меди. Поворотный столик укрепляют в нижнем электродержателе камеры. Во избежание взаимного загрязнения образцов на графитовые подставки поворотного столика помещают таблетки одного состава.

В верхнем держателе укрепляют подставной электрод из меди, рабочий конец которого заточен на усеченный конус с углом при вершине 45° и площадкой диаметром 1,5—1,7 мм, или заточенный на полусферу. Межэлектродный промежуток устанавливают 1,5—2 мм. Таблетка служит катодом дуги постоянного тока, силу тока устанавливают 6 А. Воздух из камеры вытесняют, пропуская сжатый кислород через камеру в течение 30 с. При окислении таблеток давление кислорода в камере поддерживают несколько выше атмосферного. Таблетка под давлением дуги в течение 5—8 с расплавляется и превращается в каплю расплавленных окислов. Ток выключают и подводят к подставному электроду следующую таблетку.

#### 4.4. Проведение анализа

Торцовую часть графитовых электродов для удаления поверхностных загрязнений прокалывают в дуге постоянного тока в течение 20 с при 6—10 А, включая электрод-подставку в качестве анода дуги.

Подготовленные к анализу пробы и СО помещают на прокаленные графитовые подставки. В качестве подставочного электрода применяют медные стержни или угли.

Для определения массовой доли кремния графитовую подставку включают в качестве катода дуги постоянного тока. Допускается использование королька после съемки на аноде. Начало экспозиции отсчитывают после перехода катодного пятна дуги на расплавленную часть королька.

Условия съемки спектрограммы: ширина щели спектрографа — 0,012 мм; освещение щели с помощью трехлинзового конденсора; диафрагма на средней линзе конденсора — 5 мм; дуговой промежуток — 3 мм; сила тока — 6—8 А; обжиг — 20 с; время экспозиции — 60—90 с.

Фотопластинки проявляют в зависимости от их типа в соответствующем проявителе при температуре 18—20 °С в течение 3—5 мин. После промывки пластинок в проточной воде их фиксируют в фиксажном растворе, промывают в проточной воде и высушивают.

#### 4.5. Обработка результатов

4.5.1. Оптические плотности аналитических линий и внутренних стандартов в спектрограммах измеряют с помощью микрофотометра. Ширина щели фотоэлемента составляет 0,10—0,25 мм; ширина щели между зелеными щечками, измеряемая на экране перед фотоэлементом, составляет 0,3—1,0 мм.

Используют аналитическую линию кремния 288,158 нм и минимальное значение оптической плотности фона, измеряемое рядом с линией со стороны более коротких волн.

Градуировочные графики строят в координатах:

$$\lg \frac{I_a}{I_\phi} - \lg C.$$

Учет фона (переход от  $\Delta S_{\kappa} \lg = \frac{I_a}{I_\phi}$ ) проводят по таблице (ГОСТ 9717.3).

Основной метод для построения графиков — метод «трех эталонов»). При отсутствии линии кремния в пробе или, если она значительно слабее по интенсивности линии в стандартном образце с минимальным содержанием кремния, оценка проводится полуколичественно,  $\Delta S$  — разность почернений между линией кремния и фоном ( $\Delta S = S_{a+\phi} - S_\phi$ );  $\lg C$  — логарифм концентрации кремния в стандартном образце.

Массовую долю кремния находят по градуировочному графику.

4.5.2 Расхождения результатов параллельных определений ( $d$  — показатель сходимости при  $n = 3$ ) не должны превышать  $\sim 0,0003$  % при массовой доле кремния от 0,0005 % до 0,001 % и  $\sim 0,0008$  % при массовой доле кремния от 0,001 % до 0,003 %.

4.5.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — показатель воспроизводимости), не должны превышать  $\sim 0,0004$  % при массовой доле кремния от 0,0005 % до 0,001 % и  $\sim 0,001$  % при массовой доле кремния от 0,001 % до 0,003 %.

4.5.4. Контроль точности результатов анализа (полуколичественно) проводят по ГСО 1516—79 (М246х) оловянно-цинковой бронзы или по СОП 2186—86 типа оловянно-цинковой бронзы (М246х).

Разд. 4. (Введены дополнительно, Изм. № 2).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10.10.79 № 3899
3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1539—79
4. ВЗАМЕН ГОСТ 1953.9—74
5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который даны ссылки	Номер раздела, пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который даны ссылки	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	2.4.4, 3.4.4	ГОСТ 4207—75	2.2
ГОСТ 61—75	4.2	ГОСТ 4332—76	2.2
ГОСТ 83—79	2.2	ГОСТ 4461—77	2.2, 3.1, 4.2
ГОСТ 195—77	4.2	ГОСТ 5017—74	Вводная часть
ГОСТ 244—76	4.2	ГОСТ 6006—78	2.2
ГОСТ 613—79	Вводная часть	ГОСТ 6552—80	3.2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 6691—77	2.2, 3.2
ГОСТ 859—2001	3.2	ГОСТ 9428—73	2.2, 3.2
ГОСТ 1953.1—79	1.1	ГОСТ 9656—75	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2	ГОСТ 10484—78	2.2, 3.2
ГОСТ 3652—69	2.2, 3.2	ГОСТ 18300—87	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2	ГОСТ 19627—74	4.2
ГОСТ 3765—78	2.2, 3.2	ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.4, 3.4.4
ГОСТ 4160—74	4.2		

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)
7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., августе 1990 г. (ИУС 6—83, 11—90)