Группа В09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЧУГУН

Метод фотоэлектрического спектрального анализа

ГОСТ 27611—88

Cast iron. Photoelectrical spectral method of analysis

МКС 77.080.10
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.89

Настоящий стандарт распространяется на чугун и устанавливает фотоэлектрический спектральный метод определения: серы — от 0,005 до 0,20 %, фосфора — от 0,02 до 0,5 %, кремния — от 0,10 до 5,0 %, марганца — от 0,10 до 2,0 %, хрома — от 0,010 до 0,5 %, никеля — 0, 010 до 0,5 %, меди — от 0,02 до 0,20 %, ванадия — от 0,010 до 0,5 %, титана — от 0,010 до 0,10 %, мышьяка — от 0,010 до 0,20 %, магния — от 0,010 до 0,10 %.

Метод основан на возбуждении излучения атомов анализируемого образца электрическим разрядом, разложении излучения в спектр, измерении аналитических сигналов, пропорциональных интенсивности спектральных линий и последующем определении значений массовой доли элементов с помощью градуировочных характеристик.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

1.1. Фотоэлектрические вакуумные и воздушные установки индивидуальной градуировки.

Аргон газообразный первого и высшего сортов по ГОСТ 10157.

Электропечь для сушки и очистки аргона типа СУОЛ-0,4, 4/12-Н2-У4,2.

Кондиционеры, обеспечивающие постоянную температуру и влажность воздуха.

Шлифовальный станок 3Е881.

Точильно-шлифовальный станок (обдирочно-наждачный) ТШ500.

Универсальный станок для заточки электродов КП-35.

Электрокорундовые абразивные круги с керамической связкой, зернистостью № 40—50, твердостью СМ-2 или СТ-2, размером 300·25·76 или 300·40·76 по ГОСТ 2424.

Шкурка шлифовальная бумажная типа 2 на бумаге марки ШБ-200 (П7) из нормального электрокорунда зернистостью 40—60 по ГОСТ 6456 или другого типа, обеспечивающая необходимое качество заточки поверхности проб чугуна по ГОСТ 7565.

1.2. Для вакуумных фотоэлектрических установок используют постоянные электроды — медные, серебряные, вольфрамовые и титановые прутки диаметром 1—6 мм и графитовые стержни марки С-3, диаметром 6 мм.

Для воздушных фотоэлектрических установок используют медные прутки марки М00, М1, М2 по ГОСТ 858 и электроды графитовые спектрально чистые, марки С-3 диаметром 6 мм, длиною не менее 50 мм.

(Измененная редакция, Изм. 1).

1.3. Допускается применение другой аппаратуры, оборудования и материалов, обеспечивающих точность результатов анализа, предусмотренную данным стандартом.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Отбор проб чугуна и подготовка их к анализу — по ГОСТ 7565.

2.2. Подготовку установки к выполнению измерений проводят согласно инструкции по эксплуатации.

2.3. При фотоэлектрической регистрации спектра установление градуировочных характеристик осуществляют экспериментально с помощью стандартных образцов (СО), аттестованных в соответствии с ГОСТ 8.315, или однородных проб, проанализированных стандартизованными или аттестованными методиками химического анализа. Для установления градуировочных характеристик используют не менее трех стандартных образцов (проб).

2.4. При первичной градуировке выполняют не менее пяти серий измерений в разные дни работы фотоэлектрической установки. В серии для каждого СО (пробы) проводят по две пары параллельных (выполняемых одно за другим на одной рабочей поверхности) измерений; при большом числе СО (проб) допускается выполнять по одной паре параллельных измерений. Порядок пар параллельных измерений рандомизируют. Вычисляют среднее арифметическое аналитического сигнала из всех 20 измерений для каждого СО (проб). Для каждого анализируемого элемента устанавливают градуировочную характеристику как зависимость средних значений аналитических сигналов элемента от значений его массовой доли в стандартных образцах (пробах) методом наименьших квадратов или графическим методом. Градуировочные характеристики выражают в виде графиков, таблиц, уравнений.

При использовании фотоэлектрической установки, управляемой компьютером, градуировку производят в порядке, предусмотренном программой.

Допускается использовать градуировочные характеристики с введением поправок, корректирующих влияние химического состава.

2.5. Повторную градуировку выполняют в соответствии с п. 2.4, при этом допускается сокращение числа измерений до двух серий.

2.4, 2.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.6. При оперативной градуировке (метод трех эталонов) выполняют два параллельных измерения каждого СО и пробы. Допускается увеличение числа параллельных измерений до четырех.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Условия проведения анализа приведены в приложении (табл. 2, 3).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Длины волн спектральных линий и диапазон значений массовой доли элементов приведены в приложении (табл. 4).

3.3. Допускается применение других условий проведения анализа и спектральных линий, обеспечивающих точность анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

3.4. Для каждого определяемого элемента выполняются три параллельных измерения. Допускается выполнение двух или четырех параллельных измерений.

3.5. Значение массовой доли контролируемого элемента в пробе, представленной тремя образцами, находят как среднее арифметическое трех результатов анализа, полученных от каждого из трех образцов.

Число измерений, на основании которых получают результат анализа для каждого из трех образцов, — по п. 3.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Нормы точности и нормативы контроля точности измерения массовой доли элементов приведены в табл. 1.

4.1. Если расхождения значений аналитического сигнала, выраженные в единицах массовой доли, не более d_4 (см. табл. 1) — для четырех параллельных измерений, d_3 — для трех параллельных измерений и d_2 — для двух параллельных измерений, вычисляют среднее арифметическое.

Таблица 1

Элемент	Массовая доля, %	Норма точности и норматив контроля точности, %								
		Δ	d_B	d_2	d_3	d_4	$\delta_{ст}$	δ	ε	d_{k-c}
Сера	От 0,005 до 0,01 включ.	0,004	0,005	0,004	0,005	0,005	0,003	0,003	0,003	0,004
	Св. 0,01 » 0,02 »	0,005	0,007	0,006	0,007	0,007	0,004	0,003	0,004	0,005
	» 0,02 » 0,05 »	0,008	0,010	0,008	0,010	0,011	0,006	0,005	0,006	0,008
	» 0,05 » 0,10 »	0,011	0,013	0,011	0,013	0,015	0,008	0,007	0,008	0,011
	» 0,10 » 0,20 »	0,016	0,020	0,017	0,020	0,022	0,012	0,010	0,012	0,016
Фосфор	От 0,02 до 0,05 включ.	0,005	0,007	0,006	0,007	0,007	0,004	0,003	0,004	0,006
	Св. 0,05 » 0,1 »	0,008	0,010	0,008	0,010	0,011	0,006	0,005	0,006	0,009
	» 0,1 » 0,2 »	0,013	0,017	0,014	0,017	0,018	0,010	0,009	0,010	0,014
	» 0,2 » 0,5 »	0,03	0,04	0,03	0,04	0,04	0,02	0,02	0,02	0,03
Кремний	От 0,1 до 0,2 включ.	0,03	0,04	0,03	0,04	0,04	0,02	0,02	0,02	0,03
	Св. 0,2 » 0,5 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,05	0,03	0,03	0,03	0,04
	» 0,5 » 1,0 »	0,05	0,07	0,06	0,07	0,07	0,04	0,03	0,04	0,04
	» 1,0 » 2,0 »	0,09	0,12	0,10	0,12	0,13	0,07	0,06	0,07	0,09
	» 2,0 » 5,0 »	0,13	0,17	0,14	0,17	0,18	0,10	0,09	0,10	0,13
Марганец	От 0,1 до 0,2 включ.	0,02	0,03	0,02	0,03	0,03	0,02	0,01	0,02	0,02
	Св. 0,2 » 0,5 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,05	0,03	0,03	0,03	0,04
	» 0,5 » 1,0 »	0,05	0,06	0,05	0,06	0,07	0,04	0,03	0,04	0,05
	» 1,0 » 2,0 »	0,08	0,10	0,08	0,10	0,11	0,06	0,05	0,06	0,08
Хром	От 0,01 до 0,02 включ.	0,005	0,006	0,005	0,006	0,007	0,004	0,003	0,004	0,005
	Св. 0,02 » 0,05 »	0,007	0,009	0,007	0,009	0,010	0,005	0,005	0,005	0,007
	» 0,05 » 0,1 »	0,010	0,013	0,011	0,013	0,014	0,008	0,007	0,008	0,011
	» 0,1 » 0,2 »	0,02	0,03	0,02	0,03	0,03	0,02	0,01	0,02	0,02
	» 0,2 » 0,5 »	0,03	0,04	0,03	0,04	0,04	0,02	0,02	0,02	0,03
Никель	От 0,01 до 0,02 включ.	0,006	0,008	0,007	0,008	0,009	0,005	0,004	0,005	0,006
	Св. 0,02 » 0,05 »	0,010	0,013	0,011	0,013	0,014	0,008	0,007	0,008	0,010
	» 0,05 » 0,1 »	0,016	0,020	0,017	0,020	0,022	0,012	0,010	0,012	0,016
	» 0,1 » 0,2 »	0,02	0,03	0,02	0,03	0,03	0,02	0,02	0,02	0,02
	» 0,2 » 0,5 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,05	0,03	0,03	0,03	0,04
Медь	От 0,02 до 0,05 включ.	0,010	0,013	0,011	0,013	0,014	0,008	0,007	0,008	0,010
	Св. 0,05 » 0,1 »	0,016	0,020	0,017	0,020	0,022	0,012	0,010	0,012	0,017
	» 0,1 » 0,2 »	0,024	0,030	0,025	0,030	0,030	0,018	0,016	0,018	0,026
Ванадий	От 0,01 до 0,02 включ.	0,008	0,010	0,008	0,010	0,011	0,006	0,005	0,006	0,008
	Св. 0,02 » 0,05 »	0,010	0,013	0,011	0,013	0,014	0,008	0,007	0,008	0,010
	» 0,05 » 0,1 »	0,020	0,025	0,021	0,025	0,027	0,015	0,013	0,015	0,020
	» 0,1 » 0,2 »	0,03	0,04	0,03	0,04	0,04	0,02	0,02	0,02	0,03
	» 0,2 » 0,5 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,05	0,03	0,03	0,03	0,04
Титан	От 0,01 до 0,02 включ.	0,008	0,010	0,008	0,010	0,011	0,006	0,005	0,006	0,008
	Св. 0,02 » 0,05 »	0,010	0,013	0,011	0,013	0,014	0,008	0,007	0,008	0,010
	» 0,05 » 0,1 »	0,020	0,025	0,021	0,025	0,027	0,015	0,012	0,015	0,020
Мышьяк	От 0,01 до 0,02 включ.	0,005	0,006	0,005	0,006	0,007	0,004	0,003	0,004	0,006
	Св. 0,02 » 0,05 »	0,007	0,009	0,007	0,009	0,010	0,005	0,005	0,005	0,008
	» 0,05 » 0,1 »	0,012	0,015	0,012	0,015	0,016	0,009	0,008	0,009	0,014
	» 0,1 » 0,2 »	0,020	0,025	0,021	0,025	0,027	0,015	0,013	0,015	0,023
Магний	От 0,01 до 0,02 включ.	0,008	0,010	0,008	0,010	0,011	0,006	0,005	0,006	0,008
	Св. 0,02 » 0,05 »	0,010	0,013	0,011	0,013	0,014	0,008	0,007	0,008	0,010
	» 0,05 » 0,1 »	0,020	0,025	0,021	0,025	0,027	0,015	0,012	0,015	0,020

Допускается выражать значения аналитического сигнала и расхождений параллельных измерений в единицах шкалы отсчетно-регистрирующего прибора фотоэлектрической установки. В этом случае d_3 (см. табл. 1) выражают в единицах шкалы отсчетно-регистрирующего прибора с помощью установленных градуировочных характеристик.

В случае превышения величины допускаемых расхождений между результатами параллельных измерений, анализ повторяют.

4.2. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух, трех или четырех параллельных измерений, удовлетворяющих требованию п. 4.1.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.3. Все результаты, отличающиеся от границ марки меньше чем на ε (см. табл. 1), подлежат повторному определению (при необходимости) методом фотоэлектрического анализа с установлением массовой доли элемента в пробе как общего среднего первичного и повторного результатов анализа; если общее среднее отличается от границ марки меньше чем на 0,7ε, проба передается на контроль химическими методами анализа.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

5. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

5.1. Контроль стабильности градуировочных характеристик

5.1.1. Не реже чем через 4 ч работы фотоэлектрической установки осуществляют контроль стабильности градуировочных характеристик для верхнего и нижнего пределов диапазона измерений.

Допускается выполнять контроль только для верхнего предела или только для середины диапазона измерений. При оперативной градуировке контроль стабильности не проводят.

5.1.2. Стабильность градуировочных характеристик контролируют с помощью СО или однородных проб.

Для контроля стабильности выполняют по два параллельных измерения аналитического сигнала для СО (проб). Допускается увеличение числа параллельных измерений до четырех.

5.1.3. Допускается значения аналитических сигналов выражать в единицах массовой доли с помощью установленных в соответствии с п. 2.4 градуировочных характеристик.

Если расхождения значений аналитического сигнала, выраженные в единицах массовой доли, не превышают d_2, d_3, d_4 (см. табл. 1) соответственно для двух, трех и четырех параллельных измерений, то вычисляют среднее арифметическое значение аналитических сигналов N и разность $\Delta N = (N_1 - N)$, где N_1 — среднее арифметическое значение аналитического сигнала для СО (пробы), полученное способом, указанным в п. 2.4 в условиях, при которых выполнялась градуировка.

5.1.1—5.1.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.1.4. Если расхождение результатов параллельных измерений превышает допускаемое значение (см. п. 5.1.3), проводят повторные измерения аналитического сигнала для СО (пробы) в соответствии с п. 5.1.2.

5.1.5. Если величина ΔN, выраженная в процентах, превышает допускаемое значение $\delta_{ст}$ (см. табл. 1), то измерения повторяют в соответствии с пп. 5.1.2, 5.1.3. При повторном превышении допускаемого значения осуществляют восстановление градуировочной характеристики регулировкой параметров установки или коррекцией результатов измерений введением поправок.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.1.6. Внеочередной контроль стабильности осуществляют после ремонта или планово-профилактического осмотра фотоэлектрической установки.

5.2. Контроль воспроизводимости результатов анализа

5.2.1. Контроль воспроизводимости результатов анализа выполняют повторным определением массовой доли контролируемых элементов в проанализированных ранее пробах не реже одного раза в квартал.

5.2.2. Число повторных определений должно быть не менее 0,3 % общего числа определений за контролируемый период.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2.3. Вычисляют число расхождений результатов первичного и повторного анализа, превышающих допускаемое значение d_4 (см. табл. 1). Если расхождение результатов первичного и повторного анализа превышает допускаемое значение не более чем в 5 % случаев, воспроизводимость измерений считают удовлетворительной.

5.3. Контроль правильности результатов анализа

5.3.1. Контроль правильности проводят выборочным сравнением результатов спектрального анализа проб с результатами химического анализа, выполняемого стандартизованными или аттестованными в соответствии с ГОСТ 8.010* методиками, не реже одного раза в квартал.

5.3.2. Число результатов спектрального анализа, контролируемых методами химического анализа, должно быть не менее 0,3 % от общего числа определений за контролируемый период.

5.3.3. Вычисляют число расхождений результатов спектрального и химического анализа, превышающих допускаемое значение $d_{к-с}$ (см. табл. 1).

Если расхождение результатов спектрального и химического анализа превышает допускаемое значение не более чем в 5 % случаев, точность спектрального анализа считают согласованной с точностью химического анализа.

5.3.4. Допускается частично выполнять контроль правильности методом спектрального анализа на основе воспроизведения значений массовой доли элемента в стандартном образце предприятия.

Воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли элемента не должно отличаться от аттестованного более чем на допускаемое значение δ, приведенное в табл. 1.

5.3.2—5.3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.4. При выполнении требований разд. 4 и 5 настоящего стандарта погрешность результата анализа (для доверительной вероятности 0,95) не должна превышать значения Δ, приведенного в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563—96.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

Таблица 2

Условия проведения анализа

Контролируемый параметр	Воздушные фотоэлектрические установки					Фотоэлектрический стилометр ФЭС-1, генератор ГЭУ-1, дуга переменного тока
	ДФС-10М, генератор ГЭУ-1	МФС-4, МФС-8, МФС-6, МФС-15			ДФС-36, генератор УГЭ-4	
		Генератор ИВС-28	Генератор Аркус	Генератор УГЭ-4, дуга переменного тока		
Напряжение, В	220	220	220	220	Режим генератора: дуга постоянного тока от 1,5 до 20 А; дуга переменного тока различной скважности и полярности от 1,5 до 20 А; низковольтная искра 250—300 В; высоковольтная искра от 7500 до 15000 В; импульсный разряд большой мощности	220
Частота, Гц	50, 100	50, 100	50, 100	50, 100		50
Сила тока, А	1,5—5,0	1,5—3,0	1,5—5,0	1,5—3,0	1,5—3,0	1,5—5,0
Аналитический промежуток, мм	1,5—2,0	1,5—2,0	1,5—2,0	1—1,5	1—1,5	1—1,5
Ширина выходных щелей, мм	0,05; 0,10; 0,15	—	0,04; 0,075; 0,10	0,05; 0,10	0,05 и 0,10	0,05; 0,10; 0,15
Время обжига, с	7—20	—	5—10	5—20	5—30	5—20
Время экспозиции, с	20—40	—	20—30	15—30	15—30	10—30
Электроды	Используют медные прутки диаметром 6 мм и графитовые стержни марки С-3. Стержни затачивают на полусферу с радиусом кривизны 3—4 мм либо на усеченный конус под углом 45—90 ° с диаметром площадки 1,5—2,0 мм.					

Примечание. Параметры выбирают в пределах указанных значений.

Таблица 3

Условия проведения анализа

Контролируемый параметр	Вакуумные фотоэлектрические установки								
	ДФС-41	ARL-31000		Поливак Е-600		Поливак Е962-1А	Поливак Е-963, Е-983		Поливак Е-950
	Генераторы ИВС-1, ИВС-2, высоковольтная искра	Генератор Полисурс		Генератор FS-139, низковольтная искра	Реконструированный универсальный источник	Генератор FS-273, конденсированная дуга	Генераторы SY167 и SY169, конденсированная дуга		Генератор FS-163, низковольтная дуга
		высоковольтная искра	низковольтная искра				Предварительное интегрирование	Интегрирование	
Напряжение, В	600—650	15000	600—1000	550	1000	550	650	650	650
Емкость, мкФ	12—40	4—5	15	40	1	20	20	10—20	20
Индуктивность, мкГн	180—500	360	360	60	104	60	120	120	120
Частота, Гц	150	100	50	50	100	100	400	200	400
Сопротивление, Ом	0,1—16,9	0	18,0	3,0	—	3,0	3,0	6,0	3,0
Ширина выходных щелей, мм	0,04; 0,075; 0,10	0,038; 0,05; 0,075; 0,10	0,038 0,05; 0,075; 0,10	—	—	0,04; 0,075	0,04; 0,075	—	—
Время продувки камеры аргоном, с	7—10	10—15	10—15	7	—	—	—	—	5,0
Аналитический промежуток, мм	2—6	5,0	5,0	5,0	4,0	5,0	5—6		6,0
Продувка камеры аргоном, дм³/мин	4—5	2—4	4—6	2	7—8	3,5—8,0	1—8		7,5
Время обжига, с	10—75	35	60	30	10	20	5		10
Время экспозиции, с	5—20	20	12—17	20	15	10		5—10	5
Электроды	Используют прутки серебряные, медные, вольфрамовые, титановые и графитовые диаметром 4—6 мм или вольфрамовую проволоку диаметром 1—2 мм, заточенную на плоскость, а также джет-электрод с осевым потоком аргона 1—2 дм³/мин.								

Примечание. Параметры выбирают в пределах указанных значений.

Таблица 4

Элемент	Длина волны спектральной линии, нм	Диапазон значений массовой доли элементов, %
Сера	180,73	0,005—0,20
	182,04	0,005—0,20
	481,55	0,005—0,20
Фосфор	178,29	0,02—0,50
	214,91	0,02—0,50
Кремний	181,69	0,10—5,0
	212,41	0,10—5,0
	243,52	0,10—5,0
	288,16	0,10—5,0
	390,55	0,10—5,0
Марганец	263,82	0,10—2,00
	293,31	0,10—2,00
	478,34	0,10—2,00
	482,35	0,10—2,00
Хром	206,55	0,01—0,50
	267,72	0,01—0,50
	275,29	0,01—0,50
	462,62	0,01—0,50
Никель	218,55	0,01—0,50
	225,39	0,01—0,50
	227,02	0,01—0,50
	231,60	0,01—0,50
	341,48	0,01—0,50
	351,51	0,01—0,50
	385,83	0,01—0,50
Медь	200,04	0,02—0,20
	219,23	0,02—0,20
	223,01	0,02—0,20
	327,40	0,02—0,20
	510,55	0,02—0,20
Ванадий	271,57	0,01—0,50
	290,82	0,01—0,50
	311,07	0,01—0,50
	312,29	0,01—0,50
	317,92	0,01—0,50
Титан	190,80	0,01—0,10
	316,25	0,01—0,10
	324,20	0,01—0,10
	334,94	0,01—0,10
	337,28	0,01—0,10
	453,32	0,01—0,10
Мышьяк	189,04	0,01—0,20
	193,76	0,01—0,20
	234,98	0,01—0,20
	286,05	0,01—0,20

Продолжение табл. 4

Элемент	Длина волны спектральной линии, нм	Диапазон значений массовой доли элементов, %
Магний	277,98 278,29 279,55 280,27 285,21 383,23	0,010—0,10 0,010—0,10 0,010—0,10 0,010—0,10 0,010—0,10 0,010—0,10
Железо*	187,75 241,33 249,33 262,83 271,44 272,02 300,96 309,16 438,35	—

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

* Элемент сравнения.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 03.03.88 № 454

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.010—90	5.3.1
ГОСТ 8.315—97	2.3
ГОСТ 858—2000	1.2
ГОСТ 2424—83	1.1
ГОСТ 6456—82	1.1
ГОСТ 7565—81	1.1, 2.1
ГОСТ 10157—79	1.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1990 г. (ИУС 4—91)

gost.e-ecolog.ru