ГОСТ 851.10—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Спектральный метод определения кремния, железа, никеля, алюминия, меди, марганца и титана

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Госстандартом Украины

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 3 от 17 февраля 1993 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 20 февраля 1996 г. № 21 межгосударственный стандарт ГОСТ 851.10—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 851.10—87

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Группа В59

ГОСТ 851.10—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Спектральный метод определения кремния, железа, никеля, алюминия, меди, марганца и титана

Primary magnesium. Spectral method for determination of silicon, iron, nickel, aluminium, copper and manganese

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 1997—01—01

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения кремния, железа, никеля, алюминия, меди, марганца и титана в первичном магнии.

Метод позволяет определить массовые доли элементов, %:

кремний	от	0,002	до 0,050
железо	»	0,002	» 0,050
никель	»	0,0005	» 0,003
алюминий	»	0,0020	» 0,050
медь	»	0,0003	» 0,02
марганец	»	0,0010	» 0,05
титан	»	0,0020	» 0,02

Метод основан на возбуждении атомов магния и определяемых элементов дуговым разрядом или разрядом высоковольтной искры, разложении излучения в спектр, фотографической или фотоэлектрической регистрации аналитических сигналов, пропорциональных интенсивности или логарифму интенсивности спектральных линий и последующем определении массовой доли элементов в образце с помощью градуировочных характеристик.

1 Общие требования

1.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

1.2 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

1.3 Для построения градуировочных графиков используют стандартные образцы. Каждая точка градуировочного графика строится по среднему арифметическому результату двух параллельных определений.

2 Аппаратура, реактивы и растворы

2.1 Общего назначения

Универсальный генератор типа УГЭ-4, ИВС-28 или аналогичные приборы.

Токарный станок типа ТВ-16 или аналогичные станки.

Резцы токарные фасонные с радиусом кривизны ~ 5 мм.

Комплект стандартных образцов с диапазонами примесных элементов, охватывающими пределы содержаний элементов в первичном магнии (типа Мг ГСО 5162—5170).

Издание официальное

Спирт этиловый — по ГОСТ 18300.
Бязь — по ГОСТ 29298.
Батист — по ГОСТ 29298.
Пинцет — по ГОСТ 21241.
2.2 При фотографической регистрации спектра
Спектрограф кварцевый средней дисперсии типа ИСП-30 или аналогичные приборы.
Спектропроектор типа СП-18 или аналогичные приборы.
Микрофотометр типа МФ-2 или аналогичные приборы.
Фотопластинки спектрографические типов: И, ЭС, УФШ, ПФС и другие.
Проявитель:
раствор А:
вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — 1000 $см^3$;
метол (пара — метиламинофеносульфат) по ГОСТ 25664 — 1 г;
натрий сернистокислый (сульфит натрия) безводный по ГОСТ 195 — 26 г;
гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627 — 5 г;
раствор Б:
вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — 1000 $см^3$;
натрий углекислый безводный по ГОСТ 83 — 20 г;
калий бромистый по ГОСТ 4160 — 1 г.
Перед проявлением растворы А и В смешивают в объемном соотношении 1:1.
Фиксаж:
вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — 1000 $см^3$;
тиосульфат натрия (гипосульфат натрия) по ГОСТ 244 — 300 г;
натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195 — 26 г.

2.3 Допускается применение проявителя и фиксажа других составов, не ухудшающих качество фотографической регистрации спектра.

2.4 При фотоэлектрической регистрации спектра

Установка фотоэлектрическая типа ДФС-36, МФС-8 или аналогичные приборы.

3 Подготовка к анализу

Пробу отливают в двух-четырехстержневой металлический кокиль диаметром 9 мм с плотным замком, чтобы избежать заливов. Отлитая проба должна быть плотной, без раковин и шлаковых включений. Электроды отрезают от литника, концы электродов затачивают на токарном станке на полусферу. При появлении раковин на сферической поверхности электрода, последний затачивают до тех пор, пока не исчезнет дефект.

4 Проведение анализа

4.1 Измерения на спектрографе проводят при освещении щели трехлинзовым или однолинзовым конденсором с полностью открытой промежуточной диафрагмой.

Для возбуждения спектра атомов кремния, железа, никеля, алюминия, меди, марганца и титана используют дугу переменного тока с параметрами разряда: сила тока — (4,0 ± 0,2) А, время предварительного обжига — (5 ± 1) с, время экспозиции подбирают в зависимости от чувствительности фотопластинок, аналитический промежуток между двумя одинаковыми электродами — (2,0 ± 0,1) мм. Величину промежутка измеряют по шаблону и методу теневой проекции.

Не допускается диафрагмирование источника света, излучающего облака дуги выступающими краями пробы или оправами деталей конденсора или спектрографа.

На одной фотопластинке фотографируют в одинаковых условиях стандартные образцы и пробы не менее чем по два раза.

4.2 Для измерений массовой доли алюминия, меди, марганца, кремния, железа, никеля на фотоэлектрической установке используют для возбуждения спектра дугу переменного тока с параметрами разряда: сила тока — (2,5—4,0) А в зависимости от чувствительности фотоумножителей, напряжение питающей сети — (220 ± 10) В, фаза поджига — 90°, частота следования разрядов — 100 имп / с, разрядная индуктивность — 10 мкГц, разрядное сопротивление реостата — 1,5 Ом.

Аналитический промежуток — (2,0 ± 0,1) мм устанавливают по измерительной шкале отсчетного барабана или шаблону.

4.3 Измерение массовой доли титана на фотоэлектрической установке проводят, используя для возбуждения спектра высоковольтную искру генератора УГЭ-4 с параметрами разряда: напряжение питающей сети — (220 ± 10) В, разрядный ток — (2,0—4,0) А, схема «сложная», величина вспомогательного промежутка — (3,0 ± 0,1) мм, емкость конденсатора разрядного контура — 0,02 мкф, разрядная индуктивность — 10 мкГн, частота разрядов 300—400 Гц, аналитический промежуток — (2,0 ± 0,1) мм, без обжига, время интегрирования — ориентировочно — 90 с, в зависимости от чувствительности фотоумножителя.

4.4 Допускается применение других приборов, оборудования, материалов, режимов возбуждения и регистрации спектральных линий при условиях получения метрологических характеристик, отвечающих требованиям настоящего стандарта.

5 Обработка результатов анализа

5.1 Массовые доли примесей при работе на спектрографе определяют, фотометрируя спектрограммы на микрофотометре.

В качестве внутреннего стандарта используют почернение фона.

Используют следующую длину волн, нм, которая соответствует аналитическим линиям примесных элементов:

кремний	251,61
железо	302,06
железо	248,32
никель	352,45
никель	341,47
алюминий	396,15
медь	324,75
марганец	257,61
титан	337,28
титан	334,94

Почернения аналитических линий определяемых элементов и фона должны находиться в области прямолинейной части характеристической кривой фотопластинки.

В каждой спектрограмме измеряют почернение S аналитических линий и вычисляют разность почернений ΔS аналитической линии определяемой примеси и фона.

По полученным для каждого стандартного образца величинам ΔS для аналитических линий и фона вычисляют среднюю разность почернений $\overline{\Delta S}$. Градуировочные графики строят в координатах

$$\overline{\Delta S} - \lg C$$

или

$$\left(\lg \frac{1\,л + ф - 1\,ф}{1\,ф}\right) - \lg C,$$

где C — массовая доля кремния, железа, никеля, алюминия, меди, марганца, титана, указанная в свидетельстве на стандартный образец;

$\overline{\Delta S}$ — среднее значение разности почернений аналитических линий и фона;

1 л + ф, 1 ф — интенсивность спектральных линий и фона для стандартного образца.

По оси абсцисс откладывают величину $\lg C$, а по оси ординат — соответствующую величину $\overline{\Delta S}$ или

$$\left(\lg \frac{1\,л + ф - 1\,ф}{1\,ф}\right).$$

По построенным градуировочным графикам находят массовую долю примесей.

5.2. Массовые доли примесей при работе на фотоэлектрической установке определяют, строя градуировочные графики в координатах n — lg C или n — C, где n — показания выходного измерительного прибора.

Используют следующую длину волн, нм, которая соответствует аналитическим линиям определяемых элементов:

кремний	251,61
железо	358,12
никель	341,47
алюминий	396,15
медь	324,75
марганец	403,08
титан	334,94
титан	388,51

В качестве «внутреннего стандарта» используют линию сравнения магния 382.99 нм.

5.3 Допускается использование других аналитических линий при условии получения метрологических характеристик, отвечающих требованиям настоящего стандарта.

5.4 Нормы точности результатов анализа

Расхождения между результатами параллельных определений (d_2) и результатами двух анализов, выполненных в различных условиях (D), не должны превышать (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 1. При этом погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности 0,95) не превышает предела Δ, приведенного в таблице 1.

Таблица 1

Элемент	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение, %		Δ, %
		d_2	D	
Кремний	От 0,002 до 0,005 включ.	0,001	0,0015	0,0012
	Св. 0,005 » 0,010 »	0,002	0,0030	0,0020
	» 0,010 » 0,020 »	0,005	0,0070	0,0060
	» 0,020 » 0,050 »	0,008	0,0100	0,0080
Железо	От 0,002 до 0,005 включ.	0,001	0,0015	0,0012
	Св. 0,005 » 0,010 »	0,002	0,0030	0,0020
	» 0,010 » 0,020 »	0,005	0,0070	0,0060
	» 0,020 » 0,050 »	0,008	0,0100	0,0080
Никель	От 0,0005 до 0,001 включ.	0,0004	0,0005	0,0004
	Св. 0,0010 » 0,003 »	0,0006	0,0008	0,0006
Алюминий	От 0,002 до 0,005 включ.	0,001	0,0015	0,0012
	Св. 0,005 » 0,010 »	0,002	0,0030	0,0020
	» 0,010 » 0,020 »	0,005	0,0070	0,0060
	» 0,020 » 0,050 »	0,008	0,0100	0,0080
Медь	От 0,0003 до 0,001 включ.	0,0003	0,0003	0,0002
	Св. 0,0010 » 0,002 »	0,0005	0,0007	0,0006
	» 0,0020 » 0,005 »	0,0010	0,0015	0,0012
	» 0,0050 » 0,010 »	0,0030	0,0050	0,0040
	» 0,0100 » 0,020 »	0,0060	0,0080	0,0060
Марганец	От 0,001 до 0,002 включ.	0,0005	0,0007	0,0006
	Св. 0,002 » 0,005 »	0,0010	0,0015	0,0012
	» 0,005 » 0,010 »	0,0030	0,0040	0,0030
	» 0,010 » 0,020 »	0,0050	0,0070	0,0060
	» 0,020 » 0,050 »	0,0080	0,0100	0,0080
Титан	От 0,002 до 0,005 включ.	0,001	0,0015	0,0012
	Св. 0,005 » 0,010 »	0,003	0,0050	0,0040
	» 0,010 » 0,020 »	0,005	0,0080	0,0060

5.5 Контроль точности результатов анализа

5.5.1 Контроль точности результатов анализа проводят путем сопоставления с результатами анализа, выполненными химическими методами по ГОСТ 851.1 — ГОСТ 851.6; ГОСТ 851.9.

Результаты анализа считают точными, если выполняется условие

$$\left|\overline{X}_1 - \overline{X}_2\right| \le 0,71 \cdot \sqrt{D_1^2 + D_2^2},$$

где $\overline{X}_1$ — результат анализа контрольной пробы, полученный по настоящей методике;

$\overline{X}_2$ — результат анализа той же пробы, полученный химическим методом;

D_1, D_2 — регламентированные стандартами значения допускаемых расхождений между результатами анализов соответственно для спектрального и химического методов.

5.5.2 Контроль точности проводят перед началом смены или одновременно с анализом какой-либо партии производственных проб, но не реже одного раза в месяц.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	2.1	ГОСТ 6709—72	2.2
ГОСТ 195—77	2.2	ГОСТ 18300—87	2.1
ГОСТ 244—76	2.2	ГОСТ 19627—74	2.2
ГОСТ 851.1-93 — ГОСТ 851.6—93	5.5.1	ГОСТ 21241—89	2.1
		ГОСТ 25086—87	1.1
ГОСТ 851.9—93	5.5.1	ГОСТ 25664—83	2.2
ГОСТ 4160—74	2.2	ГОСТ 29298—92	2.1

gost.e-ecolog.ru