ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 16412.0-80—ГОСТ 16412.7-80; ГОСТ 16412.9—80

Издание официальное

Цена 20 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Академией наук УССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. И. Трефилов, Ю. М. Несмачный, Т. Н. Назарчук, Л. Н. Кругай, В. И. Корнилова, Л. Д. Бернадская, Л. М. Дружинская, О. И. Коробий

ВНЕСЕНЫ Академией наук УССР

Член Президиума Академии наук УССР акад. АН УССР **Г. С. Писаренко**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 июня 1980 г. № 2689

УДК 669.11—492 : 543.423 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

Методы спектрального определения кремния и марганца

Iron powder. Methods spectral determination of silicon and manganese

ГОСТ 16412.9—80

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 июня 1980 г. № 2689 срок действия установлен

с 01.07 1981 г.
до 01.07 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает спектрографические и фотоэлектрические методы определения кремния от 0,05 до 0,8% и марганца от 0,02 до 0,8% в железном порошке.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 16412.0—80.

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДОВ

Спектрографический и фотоэлектрический методы основаны на сравнении интенсивностей эмиссионных спектральных линий определяемых элементов с линиями сравнения (железа) в анализируемых пробах и стандартных образцах, возбуждаемых дугой переменного тока.

3. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф ИСП-30 или аналогичного типа с трехлинзовой системой освещения.

Генератор дуги переменного тока ДГ-2 или аналогичного типа.

Микрофотомер МФ-2 или аналогичного типа.

Спектропроектор ПС-18 или аналогичного типа.

Весы аналитические 2-го класса.

Вибрационный измельчитель Т7ДР или аналогичного типа.

Станок для заточки графитовых электродов.

Пресс, обеспечивающий давление не менее 700 МПа.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

Фотоэлектрическая установка МФС-4, состоящая из полихроматора с растровым конденсором, электронно-регистрирующего устройства ЭРУ-14; электромагнитного стабилизатора напряжения С-0,75, 220 В или установка аналогичного типа.

Генератор «Аркус» со штативом и электромеханическим стабилизатором напряжения СЭМ-1 или генератор аналогичного типа.

Пресс-форма стальная внутренним диаметром матрицы не менее 10 мм.

Точильный станок для заточки брикетов.

Стандартные образцы стали для химического анализа, близкие по химическому составу и содержанию анализируемых элементов к анализируемым пробам.

Пластинки фотографические спектральные типа I размером 9×12 см, обеспечивающие нормальное почернение аналитических линий.

Графитовые электроды, выточенные из графитовых стержней С-2 или С-3 диаметром 6 мм, заточенные на конус с углом при вершине 15° и площадкой диаметром 1,5 мм на конце.

Напильник.

Сетка № 0071 по ГОСТ 6613—73.

Ступка фарфоровая с пестиком.

Медь порошкообразная ПМС-1 по ГОСТ 4960—75.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—72.

Камни карборундовые.

Проявитель, состоящий из

метола по ГОСТ 5.1177—71	1 г
натрия сернистокислого безводного по ГОСТ 195—77	26 г
гидрохинона по ГОСТ 19627—74	5 г
натрия углекислого безводного по ГОСТ 83—79	20 г
калия бромистого по ГОСТ 4160—74	1 г
воды дистиллированной по ГОСТ 6709—72	до 1000 мл.

Фиксаж, состоящий из

тиосульфата натрия по ГОСТ 244—76	400 г
аммония хлористого по ГОСТ 3773—72	54 г
воды дистиллированной по ГОСТ 6709—72	до 1000 мл.

Можно использовать проявитель и фиксаж другого состава при условии, что почернения аналитических линий лежат в области нормальных почернений.

4. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Анализируемый железный порошок и стандартные образцы подвергают измельчению на вибрационном измельчителе до размера частиц 70 мкм (проход через сито с сеткой № 0071).

Для приготовления брикета диаметром 10 мм используют навески железного порошка и медного порошка по 3 г, для брикета диаметром 15 мм—по 5 г, а для брикета диаметром 20 мм и больше — по 7,5 г.

Навески измельченного железного порошка или стандартного образца и медного порошка помещают в фарфоровую ступку, тщательно перемешивают в течение 5 мин. Из полученных смесей прессуют брикеты на прессе с давлением прессования 700 МПа. Брикеты стандартных образцов хранят в закрытых стеклянных банках.

Брикеты стандартных и анализируемых образцов можно использовать многократно, предварительно затачивая их на карборундовых камнях. С одной поверхности фотографируют три спектра.

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. При спектрографическом методе анализа используют «метод трех эталонов». При съемке брикеты каждого стандартного образца служат нижним электродом, графитовый стержень, заточенный на конус — верхним. Между электродами возбуждают дугу переменного тока силой 6 А и фотографируют спектры на спектрографе с круглой промежуточной диафрагмой. Ширина щели спектрографа 12 мкм. На одну фотопластинку фотографируют 4 стандартных и анализируемых образца. Спектр каждого анализируемого образца и каждого стандартного образца фотографируют по три раза с экспозицией 70 с и предварительным обжигом 5 с. Междуэлектродный промежуток устанавливают равным 2,5 мм. Экспонированные фотопластинки проявляют, промывают водой, фиксируют, промывают проточной водой в течение 5 мин, ополаскивают дистиллированной водой и сушат.

5.2. Фотоэлектрический контроль положения аналитических линий относительно выходных щелей производят ежедневно. Измерение интенсивности производят по методу «отсчет относительный». С помощью источника возбуждения спектра (генератора «Аркус») между анализируемым или стандартным образцом и графитовым электродом зажигают дугу переменного тока силой 2,6 А, фазой поджига 90°. Делитель частоты повторения импульсов в положении 1 : 1. Межэлектродный промежуток устанавливают равным 1,5 мм. Для стандартных и анализируемых образцов получают по три спектрограммы, каждая с необожженного участка анализируемого образца и с вновь заточенным верхним электродом. Время обжига — 5 с. Ширина входной щели полихроматора — 20 мкм. Ширина выходных щелей в каналах линий:

кремния — 40 мкм;
марганца — 75 мкм;
железа — 100 мкм.

При работе по методу «отсчет относительный» время экспозиции (накопления) задается величиной напряжения 94 мВ. На выходные щели полихроматора выведены линии кремния длиной волны 251,609 нм и марганца 293,306 нм. Напряжение питания фотоумножителя в канале кремния составляет 775 В, в канале марганца — 865 В. Производят «опрос», т. е. получение отсчетов n в каналах кремния и марганца.

Фотоэлектрический контроль положения аналитических линий относительно выходной щели, измерения по методу «отсчет относительный», «опрос» производят в соответствии с инструкцией фотоэлектрической установки МФС-4.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. При спектрографическом методе определения для каждого элемента в трех спектрограммах анализируемых и стандартных образцов измеряют плотность почернений аналитических линий:

Si 288,158 нм — Fe 284,554 нм
Mn 293,306 нм — Fe 292,659 нм

и находят среднее значение разности плотности почернений.

$$\Delta S_{\text{элемент–основа}} = S_{\text{элемента}} - S_{\text{основы}}.$$

По средним значениям $\Delta S_{\text{элемента–основы}}$ для стандартных образцов по логарифмам значений содержаний элемента ($\lg C$) строят градуировочный график по методу «трех эталонов» и с его помощью определяют содержание каждого элемента в анализируемых образцах.

6.2. При фотоэлектрическом методе анализа градуировочный график строят в координатах $\bar{n}$—C,

$\bar{n}$ — среднее значение трех параллельных отсчетов на фотоэлектрической установке по каждому стандартному образцу;

C — концентрация элемента в стандартном образце. Градуировочный график постоянный. Его положение ежедневно проверяют посредством получения отсчетов для одного стандартного образца. Наклон графика остается неизменным.

Для неизвестных образцов по снятым отсчетам по градуировочным графикам определяют содержание указанных элементов.

6.3. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Определяемый элемент	Массовая доля элементов, %	Стандартное отклонение, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Кремний	От 0,05 до 0,1	0,004	0,001
	Св. 0,1 „ 0,2	0,008	0,02
	„ 0,2 „ 0,5	0,02	0,05
	„ 0,5 „ 0,8	0,03	0,08
Марганец	От 0,02 до 0,05	0,003	0,006
	Св. 0,05 „ 0,1	0,005	0,011
	„ 0,1 „ 0,3	0,01	0,025
	„ 0,3 „ 0,6	0,02	0,05
	„ 0,6 „ 0,8	0,04	0,10

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 16412.0—80 Порошок железный. Общие требования к методам анализа 1

ГОСТ 16412.1—80 Порошок железный. Методы определения железа. . . 3

ГОСТ 16412.2—80 Порошок железный. Методы определения фосфора . . 8

ГОСТ 16412.3—80 Порошок железный. Методы определения кремния . . 16

ГОСТ 16412.4—80 Порошок железный. Методы определения марганца . 22

ГОСТ 16412.5—80 Порошок железный. Методы определения серы . . 28

ГОСТ 16412.6—80 Порошок железный. Метод определения кислорода . 35

ГОСТ 16412.7—80 Порошок железный. Методы определения углерода . . 39

ГОСТ 16412.9—80 Порошок железный. Методы спектрального определения кремния и марганца 48

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *А. Г. Старостин*

Сдано в наб. 24.06.80 Подп. к печ. 02.09.80 3,25 п. л. 3,35 уч.-изд. л. Тир. 20000 Цена 20 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1021

gost.e-ecolog.ru