УДК 669.295:543.42:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Спектральный метод определения кремния, железа и никеля

Sponge titanium.
Spectral method for the determination of silicon, iron and nickel

ГОСТ 9853.6—79

Взамен ГОСТ 9853.7—72

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 августа 1979 г. № 3207 срок действия установлен

с 01.01.1981 г.
до 01.01.1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения содержания кремния (при массовой доле кремния от 0,002 до 0,13%), железа (при массовой доле железа от 0,01 до 0,3%) и никеля (при массовой доле никеля от 0,005 до 0,15%) в губчатом титане.

Метод спектрального анализа основан на возбуждении спектра дуговым разрядом, регистрации эмиссионного спектра пробы на фотопластинке с помощью спектрографа с последующим измерением почернений аналитических спектральных линий на микрофотометре. Анализ проводят по методу «трех эталонов».

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 9853.0—79.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Спектрограф кварцевый средней дисперсии.
Генератор дуги переменного тока.
Микрофотометр.
Установка для заточки угольных электродов.
Токарный станок.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

Угли спектральные марки ОСЧ-7—4 или ОСЧ-7—3, диаметром 6 мм.

Фотопластинки спектрографические тип I, II, ЭС или УФШ-3.

Стандартные образцы (комплект стандартных образцов) с диапазоном определяемых содержаний, охватывающих пределы содержаний элементов в губчатом титане.

Проявитель № 1 по ГОСТ 10691.1—73 и кислый фиксаж по ГОСТ 10691.0—73.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Для анализа берут кованые образцы сечением (14×14) ±2 мм (или диаметром 20±2 мм) и высотой 50—100 мм или литые образцы, подготовленные для проведения механических испытаний, диаметром 30—35 мм и высотой 15—25 мм.

Торцы образцов тщательно обрабатывают чистовым резцом на токарном станке с шероховатостью обрабатываемой поверхности *Ra* не более 2,5 мкм по ГОСТ 2789—73, а затем острые кромки удаляют (снимают фаску) и протирают этиловым спиртом. На торцевой поверхности не должно быть заметных на глаз рисок и царапин, раковин, трещин, заковов, неметаллических включений, грязи, масла или каких-либо других дефектов.

Стандартные образцы подготавливают к анализу так же, как анализируемые образцы.

Воздействию дугового разряда при спектральном анализе подвергают плоскую торцовую поверхность проб и стандартных образцов, подготовленную, как показано выше, и протертую перед анализом этиловым спиртом.

Спектральные угли-стержни диаметром 6 мм, применяемые в качестве противоэлектродов, должны быть заточены на конус с углом при вершине 60±3°. Вершина конуса должна быть срезана по плоскости, перпендикулярной оси стержня, так, чтобы образовалась площадка диаметром 1±0,1 мм.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Освещение щели спектрографа производят трехлинзовым или однолинзовым конденсором. Сила тока дуги регулируется так, чтобы среднее положение стрелки на амперметре генератора соответствовало 6А, а колебания стрелки не выходили за пределы 6± ±0,5 А.

Время предварительного обжига — 10+1 с.

Время экспозиции подбирают в зависимости от чувствительности фотопластинок от 30 до 120 с, чтобы почернения аналитичес-

ких линий находились в области прямолинейной части характеристической кривой фотопластинки.

Аналитический межэлектродный промежуток — расстояние между поверхностью пробы и концом противоэлектрода должен быть 1,5±0,1 мм.

Величину промежутка измеряют по шаблону и по методу теневой проекции.

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

На одной и той же фотопластинке фотографируют в одинаковых условиях стандартные образцы и пробы по два или более раза.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Полученные спектрограммы фотометрируют с помощью микрофотометра. Применяются следующие пары аналитических линий: для определения кремния в диапазоне содержаний от 0,002 до 0,02% Si 251,43—Ti 243,83 нм; для определения кремния в диапазоне содержаний от 0,02 до 0,13% — Si 243,51 — Ti 243,41 нм; для определения железа в диапазоне содержаний от 0,01 до 0,10% — Fe 238,20—Ti 243,83 нм; для определения железа в диапазоне содержаний от 0,10 до 0,3% — Fe 248,41—Ti 243,83 нм; для определения никеля в диапазоне содержаний от 0,005 до 0,05% — Ni 232,00—Ti 243,83 нм; для определения никеля в диапазоне содержаний от 0,05 до 0,15% — Ni 231,23—Ti 243,83 нм.

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

По полученным для каждого стандартного образца двум (или более) величинам ΔS для пары аналитических линий вычисляют среднюю разность почернений $\Delta\overline{S}$.

Градуировочные графики строят на миллиметровой бумаге в координатах $\Delta\overline{S}$, $\lg C$, где C — массовая доля кремния, железа, никеля в процентах, взятых из паспорта стандартного образца;

$\Delta\overline{S}$ — среднее значение разности почернений аналитических линий для стандартного образца. По оси абсцисс откладывают величины $\lg C$, а по оси ординат соответствующую величину $\Delta\overline{S}$.

Для обеспечения достаточной точности графических построений 0,1 единицы $\lg C$ (или 0,1 единицы $\Delta\overline{S}$) изображают отрезком длиной 1 или 2 см.

По полученным для каждой пробы двум или более величинам вычисляют для аналитической пары среднюю разность почерне-

ний $\Delta\overline{S}$ и по градуировочному графику находят определяемое содержание примеси.

5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений проб одного слитка и результатов анализов проб двух слитков, отобранных из одной и той же объединенной пробы, не должны превышать величин, указанных в таблице.

Массовая доля, %			Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений проб одного слитка, %	Абсолютные допускаемые расхождения результатов анализа проб двух слитков, %
кремния	железа	никеля		
От 0,002 до 0,004	—	—	0,001	0,001
Св. 0,004 до 0,008	—	—	0,002	0,003
Св. 0,008 до 0,015	—	—	0,006	0,007
Св. 0,015 до 0,03	—	—	0,010	0,012
Св. 0,03 до 0,06	—	—	0,016	0,020
Св. 0,06 до 0,13	—	—	0,030	0,040
—	От 0,01 до 0,02	—	0,005	0,006
—	Св. 0,02 до 0,04	—	0,01	0,015
—	Св. 0,04 до 0,08	—	0,02	0,030
	Св. 0,08 до 0,15	—	0,04	0,050
—	Св. 0,15 до 0,30	—	0,07	0,080
		От 0,005 до 0,01	0,003	0,004
		Св. 0,01 до 0,02	0,006	0,007
		Св. 0,02 до 0,04	0,013	0,015
		Св. 0,04 до 0,08	0,02	0,03
		Св. 0,08 до 0,15	0,05	0,06

5.3. Контроль правильности результатов спектрального анализа проводят химическим методом.

Изменение № 1 ГОСТ 9853.6—79 Титан губчатый. Спектральный метод определения кремния, железа и никеля

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.06.85 № 1688 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

Вводная часть. Второй абзац изложить в новой редакции: «Метод спектрального анализа основан на возбуждении спектра дуговым разрядом с фотографической и фотоэлектрической регистрацией интенсивности эмиссионных спектральных линий определяемых элементов».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 9853.0—79 на ГОСТ 9853.1—79. Раздел 1 дополнить пунктом — 1.2: «1 2. Анализ проводят по методу «трех эталонов» или «контрольного эталона».

Регистрация спектра — фотографическая или фотоэлектрическая.

При проведении анализа фотографическим методом градуировочные графики строят в координатах ΔS—lg C, где ΔS разность почернений линий определяемого элемента и элемента сравнения, C — концентрация определяемого элемента в стандартных образцах.

При проведении анализа фотоэлектрическим методом градуировочные графики строят в координатах n—lg C; n—C, где C — концентрация определяемого элемента в стандартных образцах; n — показания выходного измерительного прибора, пропорциональные логарифму относительной интенсивности линий определяемого элемента и линии сравнения.

Для квантометров, в которых показания выходного прибора n пропорциональны относительной интенсивности спектральных линий, градуировочный график строят в координатах n—C или lg n—lg C».

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2. Аппаратура, материалы и реактивы

2 1. Общего назначения

Установка для заточки угольных электродов.

Токарный станок.

Угли спектральные марки ОСЧ 7—4 или ОСЧ 7—3 диаметром 6 мм.

Стандартные образцы (комплект стандартных образцов) с диапазоном определяемых содержаний, охватывающих пределы содержаний элементов в губчатом титане.

(Продолжение см. с. 66)

Спирт этиловый — ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

2.2. При спектральном анализе с фотографической регистрацией спектра

Спектрограф кварцевый средней дисперсии.

Генератор дуги переменного тока.

Микрофотометр.

Фотопластинки спектрографические тип I, ЭС или УФШ-3.

Раствор А:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72—1000 см^3;

метол (пара-метиламинофеносульфат) — 2 г;

натрий сернистокислый (сульфит натрия) кристаллический по ГОСТ 429—76 — 104 г или натрий сернистокислый по ГОСТ 195—77 — 52 г;

гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74 — 10 г;

калий бромистый по ГОСТ 4160—74 — 2 г.

Раствор Б:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72 — 1000 см^3;

натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84—76 — 108 г или натрий углекислый по ГОСТ 83—79 — 54 г.

Перед проявлением раствор А и Б смешивают (3:1).

Фиксаж:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72 — 1000 см^3;

тиосульфат натрия кристаллический (гипосульфит натрия) по ГОСТ 244—76 — 300 г;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72 — 60 г.

2.3. При спектральном анализе с фотоэлектрической регистрацией спектра: установка фотоэлектрическая типа ДФС-36, генератор типа УГЭ-4».

Раздел 4. Первый абзац перед словами «Освещение щели спектрографа» дополнить словами: «4.1. При фотографической регистрации спектра»;

последний абзац изложить в редакции: «На одной и той же фотопластинке фотографируют в одинаковых условиях стандартные образцы и пробы по два раза.

Аналитические линии (длины волн, нм)

железо:	от 0,01 до 0,10 %	238,20
	св. 0,1 до 0,3 %	248,41
кремний:	от 0,002 до 0,02 %	251,43
	св. 0,02 до 0,13 %	243,51
никель:	от 0,005 до 0,05 %	232,00
	св. 0,05 до 0,15 %	231,23

титан 243,83 — линия сравнения».

(Продолжение см. с. 67)

Раздел 4 дополнить пунктами — 4.2, 4.3: «4.2. При анализе с фотоэлектрической регистрацией спектра сила тока дуги генератора (4±0,5) А, напряжение питающей сети — 220 В, фаза поджига 90°, частота разрядов — 100 имп/с, разрядная индуктивность — 10 мкГн. Аналитический межэлектродный промежуток должен быть (1,5±0,1) мм.

Величину аналитического промежутка осуществляют по измерительной шкале отсчетного барабана. Ширина входной щели квантометра — 0,068 мм. Ширина выходных щелей для железа и кремния — 0,05 мм, для никеля — 0,15 мм.

Аналитические линии (длины волн, нм)

железо — 238,20
кремний — 288,16
никель — 341,48
титан — 294,83 — линия сравнения.

4.3. Допускается использование других аналитических линий и режимов возбуждения элементов при условии получения метрологических характеристик, отвечающих требованиям настоящего стандарта».

Раздел 5 изложить в новой редакции:

«5. Обработка результатов

5.1. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, если выполняется условие $|X_1 - X_2| \leqslant d_2$, где X_1 и X_2 — результаты параллельных определений;

d_2 — допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений.

Абсолютные допускаемые расхождения результатов двух параллельных определений проб одного слитка и результатов анализов проб двух слитков, отобранных из одной и той же объединенной пробы, не должны превышать величин, указанных в таблице *(см. с. 68)*.

5.2. Контроль правильности результатов спектрального анализа проводят химическим методом по ГОСТ 9853.2—79. Результаты анализа считают правильными, если выполняется условие

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| = 1{,}96 \sqrt{\frac{d_{n_1}^2}{Q^2(p, n_1) \cdot n_1} + \frac{d_{n_2}^2}{Q^2(p, n_2) \cdot n_2}},$$

(Продолжение см. с. 68)

где X_1 — результат анализа, полученный спектральным методом для n_1 параллельных определений;

X_2 — результат анализа той же пробы, полученный химическим методом для n_2 параллельных определений;

d_{n_1}, d_{n_2} — регламентированные допускаемые расхождения между результатами параллельных определений соответственно для спектрального и химического методов;

$Q(p, n_1), Q(p, n_2)$ — численные коэффициенты, зависящие от n_1 и n_2».

Определяемый элемент	Массовая доля определяемого элемента, %		Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений пробы одного слитка, %		Абсолютные допускаемые расхождения результатов анализа проб двух слитков, %	
			фотографический метод	фотоэлектрический метод	фотографический метод	фотоэлектрический метод
Кремний	От 0,002	до 0,004	0,001	0,001	0,001	0,001
	Св. 0,004	до 0,008	0,002	0,002	0,003	0,003
	Св. 0,008	до 0,015	0,006	0,004	0,007	0,006
	Св. 0,015	до 0,03	0,010	0,010	0,012	0,012
	Св. 0,03	до 0,06	0,02	0,01	0,02	0,02
	Св 0,06	до 0,13	0,03	0,02	0,04	0,03
Железо	От 0,01	до 0,02	0,005	0,005	0,006	0,006
	Св. 0,02	до 0,04	0,010	0,010	0,015	0,015
	Св 0,04	до 0,08	0,020	0,015	0,030	0,020
	Св. 0,08	до 0,15	0,04	0,03	0,05	0,04
	Св. 0,15	до 0,30	0,07	0,06	0,08	0,07
Никель	От 0,005	до 0,01	0,003	0,003	0,004	0,004
	Св. 0,01	до 0,02	0,006	0,006	0,007	0,007
	Св. 0,02	до 0,04	0,013	0,010	0,015	0,013
	Св 0,04	до 0,08	0,02	0,02	0,03	0,03
	Св. 0,08	до 0,15	0,05	0,03	0,06	0,04

(ИУС № 9 1985 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 9853.6—79 Титан губчатый. Спектральный метод определения кремния, железа и никеля

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 15.08.90 № 2408

Дата введения 01.03.91

Пункт 1.2 Пятый абзац. Исключить слова: «или $\lg n - \lg c$».

Пункт 2.2. Пятый — восемнадцатый абзацы изложить в новой редакции: «Проявитель:

Раствор А:

вода по ГОСТ 6709—72 — 1000 см^3;

метол (пара-метиламинофенолсульфат) — 1 г;

натрий сернистокислый (сульфит натрия) кристаллический по ТУ 6—09—5313—86 — 52 г или натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195—77 — 26 г;

гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74 — 5 г;

раствор Б:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72 — 1000 см^3;

натрий углекислый по ГОСТ 83—79 — 20 г;

калий бромистый по ГОСТ 4160—74 — 1 г.

Перед проявлением растворы А и Б смешивают в объемном соотношении 1 : 1.

Фиксаж:

вода — 1000 см^3;

тиосульфат натрия (гипосульфит натрия) по ГОСТ 244—76 — 300 г;

натрий сернистокислый безводный по ГОСТ 195—77 — 26 г».

(Продолжение см. с. 118)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.6—79)

Раздел 3. Первый абзац изложить в новой редакции: «Для анализа берут литые образцы, подготовленные для проведения механических испытаний»;

четвертый абзац после слова «торцовую» дополнить словами: «или боковую»;

пятый абзац. Заменить значение: $(1 \pm 0{,}1)$ на $(1 \pm 0{,}3)$.

Пункт 4.2. Первый абзац после значения 10 мкГн дополнить словами. «время обжига — 0, время экспозиции — 50 с».

Пункт 4.3 после слова «возбуждения» дополнить словами: «и регистрации спектров».

Пункт 5 1. Второй абзац. Исключить слово «Абсолютные».

Пункт 5.2 изложить в новой редакции: «5.2. Контроль точности результатов спектрального анализа проводят химическим методом по ГОСТ 9853.2—79. Результаты анализа считают правильными, если выполняется условие:

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| = 1{,}96 \sqrt{\frac{d_{n_1}^2}{Q^2(P_1 n_1) \cdot n_1} + \frac{d_{n_2}^2}{Q^2(P_1 n_2) \cdot n_2}},$$

где X_1 — результат анализа, полученный спектральным методом для n_1 параллельных определений;

X_2 — результат анализа той же пробы, полученный химическим методом для n_2 параллельных определений;

d_{n_1}, d_{n_2} — регламентированные допускаемые расхождения между результатами параллельных определений соответственно для спектрального и химического методов;

$Q(P_1 n_1)$, $Q(P_1, n_2)$ — численные коэффициенты, зависящие от n_1 и n_2.

(Продолжение см. с. 119)

Определяемый элемент	Массовая доля определяемого элемента, %	Допускаемые расхождения результатов параллельных определений пробы одного слитка, %		Допускаемые расхождения результатов анализа проб двух слитков, %	
		фотографический метод	фотоэлектрический метод	фотографический метод	фотоэлектрический метод
Кремний	От 0,002 до 0,004 включ	0,001	0,001	0,001	0,001
	Св. 0,004 » 0,008 »	0,002	0,002	0,003	0,003
	» 0,008 » 0,015 »	0,006	0,004	0,007	0,006
	» 0,015 » 0,030 »	0,010	0,010	0,012	0,012
	» 0,03 » 0,06 »	0,02	0,01	0,02	0,02
	» 0,06 » 0,13 »	0,03	0,02	0,04	0,03
Железо	От 0,010 до 0,020 включ	0,005	0,005	0,006	0,006
	Св. 0,020 » 0,040 »	0,010	0,010	0,015	0,015

(Продолжение см. с. 120)

Определяемый элемент	Массовая доля определяемого элемента, %	Допускаемые расхождения результатов параллельных определений пробы одного слитка, %		Допускаемые расхождения результатов анализа проб двух слитков, %	
		фотографический метод	фотоэлектрический метод	фотографический метод	фотоэлектрический метод
Железо	Св. 0,040 до 0,080 включ	0,020	0,015	0,030	0,020
	» 0,08 » 0,15 »	0,04	0,03	0,05	0,04
	» 0,15 » 0,30 »	0,07	0,06	0,08	0,07
Никель	От 0,005 до 0,010 включ.	0,003	0,003	0,004	0,004
	Св. 0,010 » 0,020 »	0,006	0,006	0,007	0,007
	» 0,020 » 0,040 »	0,013	0,010	0,015	0,013
	» 0,04 » 0,08 »	0,02	0,02	0,03	0,03
	» 0,08 » 0,15 »	0,05	0,03	0,06	0,04

(ИУС № 11 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru