МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Спектральный метод определения кремния, железа, никеля

Издание официальное

БЗ 11—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 105, Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 октября 1999 г. № 353-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9853.23—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 9853.6—79

© ИПК Издательство стандартов, 2000

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Спектральный метод определения кремния, железа, никеля

Sponge titanium
Spectral method for determination of silicon, iron, nickel

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения содержания кремния, железа и никеля в губчатом титане по ГОСТ 17746.

Метод основан на возбуждении атомов титана и атомов кремния, железа, никеля в дуговом разряде или в высокочастотной индукционной плазме, разложении излучения в спектр, фотографической или фотоэлектрической регистрации аналитических сигналов, пропорциональных интенсивности или логарифму интенсивности спектральных линий и последующем определении массовой доли кремния, железа, никеля в образце в помощью градуировочных характеристик.

Метод позволяет определять массовые доли элементов:

кремния от 0,002 % до 0,10 %
железа » 0,01 % » 0,50 %
никеля » 0,01 % » 0,20 %

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 195—77 Натрий сернистокислый. Технические условия

ГОСТ 244—76 Натрия тиосульфат кристаллический. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 2789—73 Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики

ГОСТ 4160—74 Калий бромистый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9853.2—96 Титан губчатый. Метод определения железа

ГОСТ 9853.9—96 Титан губчатый. Метод определения кремния

ГОСТ 9853.22—96 Титан губчатый. Методы определения никеля

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19627—74 Гидрохинон (парадиоксибензол). Технические условия

ГОСТ 23780—96 Титан губчатый. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 25664—83 Метол (4-метиламинофенол сульфат). Технические условия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29298—92 Ткани хлопчатобумажные и смешанные бытовые. Общие технические условия

Издание официальное

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

3.2 Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23780.

3.3 За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений.

3.4 Для построения градуировочных графиков используют стандартные образцы. Каждая точка градуировочного графика строится по среднему арифметическому результатов двух измерений.

4 Средства измерений и вспомогательные устройства

4.1 Общего назначения

Токарный станок типа ТВ-16 или аналогичные станки.

Резцы токарные.

Комплект стандартных образцов диапазоном определяемых содержаний элементов, охватывающим пределы содержаний элементов в титане (типа ГСО У1-92—У6-92 по реестру Госстандарта Украины или № 6493-92—6498-92 по реестру Госстандарта России).

Лабораторная измерительная посуда (цилиндры, мензурки, колбы) по ГОСТ 1770.

Этанол (спирт этиловый) ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Бязь, батист по ГОСТ 29298.

4.2 При возбуждении спектра в дуговом разряде

Спектрограф кварцевый средней дисперсии типа ИСП-30 или аналогичные приборы.

Установка фотоэлектрическая типа ДФС-36 или МФ-8 либо аналогичные приборы.

Генератор дуги переменного типа УГЭ-4 или ИВС-28 либо аналогичные приборы.

Микрофотометр типа МФ-2 или ИФО-460 либо аналогичные приборы.

Спектропроектор типа ПС-18 или СПП-2 либо аналогичные приборы.

Установка для заточки спектральных углей.

Угли спектральные марки ос. ч. 7—3 или ос. ч. 7—4 диаметром 6 мм по действующему нормативному документу.

Фотопластинки спектрографические типов I, ЭС, УФШ, ПФС-01, ПФС-02, ПФС-03 по действующему нормативному документу или фотопластинки любого типа, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий.

Фотокюветы или другие сосуды для обработки фотопластинок.

Термометр лабораторный по ГОСТ 28498.

Проявитель.

Раствор А:

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — до 1000 $см^3$;
- метол по ГОСТ 25664 — 1 г;
- натрия сульфит (натрий сернистокислый) безводный по ГОСТ 195 — 26 г;
- гидрохинон по ГОСТ 19627 — 5 г.

Раствор Б:

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — до 1000 $см^3$;
- натрия карбонат (натрий углекислый) безводный по ГОСТ 83 — 20 г:
- калия бромид (калий бромистый) по ГОСТ 4160 — 1 г.

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

Фиксаж:

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — до 1000 $см^3$;
- тиосульфат натрия по ГОСТ 244 — 300 г;
- натрия сульфит (натрий сернистокислый) безводный по ГОСТ 195 — 26 г.

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

4.3 При возбуждении спектра в высокочастотной индукционной плазме

Плазменный спектрометр PS-4 фирмы BAIRD (Нидерланды) или аналогичные приборы.

Аргон по ГОСТ 10157.

Кислота соляная ос. ч. по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Стандартные растворы определяемых элементов.

5 Порядок подготовки к проведению измерений

5.1 При возбуждении спектра в дуговом разряде

Для анализа берут литые образцы, подготовленные для проведения механических испытаний.

Воздействию дугового разряда подвергают плоскую торцевую или боковую поверхность проб и стандартных образцов.

Анализируемую поверхность тщательно обрабатывают чистовым резцом на токарном станке с шероховатостью обрабатываемой поверхности *Ra* не более 2,5 мкм по ГОСТ 2789, острые кромки удаляют (снимают фаску) и протирают бязью, смоченной этанолом. На поверхности образцов не допускаются раковины, трещины, неметаллические включения и другие дефекты.

Стандартные образцы диаметром 20 мм, длиной 50—100 мм подготавливают к анализу так же, как и анализируемые пробы.

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

5.2 При возбуждении спектра в высокочастотной индукционной плазме

Навеску губчатого титана массой 1,0 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, приливают 70 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и растворяют при нагревании. Затем раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят водой до метки.

Приготовление растворов стандартных образцов титана проводят так же, как и анализируемых проб.

6 Порядок проведения измерений

6.1 При возбуждении спектра в дуговом разряде

6.1.1 При фотографической регистрации спектра измерения на спектрографе производят при освещении щели трехлинзовым или однолинзовым конденсором с полностью открытой промежуточной диафрагмой.

Для возбуждения спектра атомов титана и атомов кремния, железа и никеля используют дугу переменного тока с параметрами разряда: сила тока — 6,0—10,0 А, время предварительного обжига — (10±1) с, время экспозиции подбирают в зависимости от чувствительности фотопластинок. Почернения аналитических линий должны быть в области прямолинейной части характеристической кривой фотопластинки.

Аналитический промежуток — расстояние между поверхностью пробы и конусом угольного противоэлектрода — должен быть 1,5—2,0 мм.

Промежуток измеряют по шаблону, по методу теневой проекции или по измерительной шкале отсчетного барабана.

Не допускается диафрагмирование источника света краями пробы, оправами деталей конденсора или спектрографа.

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

6.1.2 При фотоэлектрической регистрации спектра

Измерения проводят, используя для возбуждения спектра атомов титана и атомов кремния, железа и никеля дугу переменного тока с параметрами разряда: сила тока — 4,0—6,0 А; напряжение питающей сети — (220±10) В; фаза поджога — 90°; частота следования разрядов — 100 имп/с; разрядная индуктивность —10 мкГн; время обжига —0; время экспозиции — 50 с. Аналитический межэлектродный промежуток — 1,5—2,0 мм — устанавливают по измерительной шкале отсчетного барабана или по шаблону.

6.2 При возбуждении спектра в высокочастотной индукционной плазме

Измерения на плазменном спектрометре проводят при следующих условиях возбуждения и регистрации спектра: выходная мощность генератора — 1,2—1,3 кВт; время интегрирования — 3 с; количество интеграций — 5; высота наблюдения над краем кварцевой горелки — 16 мм; скорость подачи пробы перистальтическим насосом — 4 см^3/мин; давление аргона, транспортирующего аэрозоль, — 235 кПа; расход аргона, транспортирующего аэрозоль, — 1,1 дм^3/мин, плазмообразующего — 1,1 дм^3/мин, охлаждающего — 13,0 дм^3/мин.

6.3 Допускается применение других приборов, оборудования, материалов, режимов возбуждения и регистрации спектра при условии получения метрологических характеристик, отвечающих требованиям настоящего стандарта.

7 Обработка результатов измерений

7.1 Массовые доли кремния, железа и никеля при работе на спектрографе определяют, фотометрируя спектрограммы на микрофотометре.

В качестве внутреннего стандарта используют линию титана 243,83 нм.

Используют следующие аналитические линии элементов (длина волны, нм):

кремний	от	0,002 %	до	0,02 % — 251,43,
	св.	0,02 %	»	0,10 % — 243,51,
железо	от	0,01 %	»	0,10 % — 238,20,
	св.	0,10 %	»	0,50 % — 248,41,
никель	от	0,01 %	»	0,05 % — 232,00,
	св.	0,05 %	»	0,20 % — 231,23.

В каждой спектрограмме измеряют почернение S аналитических пар спектральных линий и вычисляют разность почернений ΔS аналитической линии определяемого элемента и линии сравнения.

По полученным для каждого стандартного образца значениям ΔS вычисляют среднюю разность почернений $\Delta \bar{S}$. Градуировочные графики строят в координатах $\Delta \bar{S} - \lg C$, где C — массовая доля кремния, железа и никеля, указанная в свидетельстве на стандартный образец; $\Delta \bar{S}$ — среднее значение разности почернений аналитических линий и линии сравнения.

По оси абсцисс откладывают значения $\lg C$, а по оси ординат — соответствующие значения $\Delta \bar{S}$.

По построенным градуировочным графикам находят массовую долю определяемых элементов.

7.2 Массовые доли кремния, железа и никеля при работе на фотоэлектрической установке с возбуждением спектра в дуговом разряде определяют, строя градуировочные графики в координатах $n - \lg C$ или $n - C$, где n — показания выходного измерительного прибора.

Используют следующие аналитические линии элементов (длина волны, нм):

кремний — 288,16,
железо — 238,20,
никель — 341,48.

В качестве внутреннего стандарта используют линию титана 294,83 нм.

7.3 Массовые доли кремния, железа и никеля при работе на плазменном спектрометре определяют, строя градуировочные графики в координатах $\bar{I}_л - C$

$$\bar{I}_л = \bar{I}_{л+ф} - I_ф, \quad (1)$$

$\bar{I}_{л+ф}$ — среднее значение интенсивности аналитической линии в растворе сравнения или растворе стандартного образца;

$I_ф$ — интенсивность аналитической линии в растворе титана повышенной чистоты (содержание анализируемого элемента не более нижнего предела определения).

Используют следующие аналитические линии элементов (длина волны, нм):

кремний — 251,61,
железо — 259,94,
никель — 231,60.

7.4 Допускается использование других аналитических линий и систем координат при условии получения метрологических характеристик, отвечающих требованиям настоящего стандарта.

8 Допустимая погрешность измерений

8.1 Расхождение между результатами двух определений d_2 и результатами двух анализов, выполненных в различных условиях, D не должно превышать (при доверительной вероятности

$P = 0,95$) значений, указанных в таблице 1. При этом погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не превышает предела Δ, приведенного в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Определяемый элемент	Массовая доля	Допускаемое расхождение		Предел погрешности измерений Δ
		d_2	D	
Кремний	От 0,0020 до 0,0050 включ.	0,0015	0,0020	0,0016
	Св. 0,005 » 0,010 »	0,003	0,004	0,003
	» 0,010 » 0,020 »	0,005	0,007	0,006
	» 0,020 » 0,050 »	0,010	0,012	0,010
	» 0,050 » 0,100 »	0,020	0,025	0,020
Железо	От 0,010 » 0,020 »	0,005	0,007	0,006
	Св. 0,020 » 0,050 »	0,010	0,015	0,012
	» 0,050 » 0,100 »	0,015	0,020	0,016
	» 0,10 » 0,20 »	0,03	0,04	0,03
	» 0,20 » 0,50 »	0,06	0,07	0,06
Никель	От 0,010 » 0,020 »	0,006	0,007	0,006
	Св. 0,020 » 0,050 »	0,010	0,012	0,010
	» 0,050 » 0,100 »	0,020	0,025	0,020
	» 0,10 » 0,20 »	0,03	0,04	0,03

8.2 Контроль точности результатов спектрального анализа проводят путем сопоставления полученных результатов с результатами анализа, выполненного химическим методом по ГОСТ 9853.2, ГОСТ 9853.9, ГОСТ 9853.22 не реже одного раза в квартал.

Количество результатов спектрального анализа, контролируемых методами химического анализа, устанавливают в зависимости от общего количества поступающих проб, но не менее 0,1 % всех проб товарной продукции, поступающих в лабораторию за квартал.

Точность результатов анализа считается удовлетворительной, если не менее чем в 95 % случаев выполняется условие

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \le 0,71\sqrt{D_1^2 + D_2^2}, \qquad (2)$$

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

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

D_1 и D_2 — допускаемые расхождения между результатами анализов соответственно для спектрального и химического методов.

8.3 Оперативный контроль точности результатов анализа проводят перед началом смены или одновременно с анализом какой-либо партии производственных проб.

Для выполнения контроля выбирают два стандартных образца со значениями массовой доли элемента, находящимися в области нижнего и верхнего пределов диапазона измерений, и проводят измерение содержания данного элемента в каждом стандартном образце. Если хотя бы для одного стандартного образца результат анализа при оперативном контроле отличается от значения массовой доли элемента в данной точке градуировочной характеристики больше чем на 0,5 D, проводят корректировку градуировочной характеристики.

9 Требования к квалификации

К выполнению анализа допускается спектроскопист квалификации не ниже 4-го разряда, имеющий II квалификационную группу по электробезопасности.

УДК 669.295:543:42.061:006.354 МКС 77.120 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: титан губчатый, определение кремния, железа, никеля, эмиссионный спектральный анализ

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *О Н Власова*
Корректор *А С Черноусова*
Компьютерная верстка *Е Н Мартемьяновой*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 16 03 2000 Подписано в печать 14 04 2000 Усл печ л 0,93
Уч -изд л 0,75 Тираж 208 экз С 4890 Зак 333

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru