

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ

МЕТОДЫ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

ГОСТ 7727—81

Издание официальное

БЗ 9—95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.715:543.42:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ

Методы спектрального анализа

ГОСТ 7727—81

Aluminium alloys Methods of spectral analysis

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.82

Настоящий стандарт устанавливает спектральные методы определения содержания легирующих элементов и примесей (меди, магния, марганца, железа, кремния, титана, цинка, ванадия, лития, кадмия, бериллия, никеля, хрома, циркония, церия, натрия, свинца, олова, сурьмы, мышьяка, бора) в литейных и деформируемых алюминиевых сплавах

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1 1 Содержание легирующих элементов и примесей в сплавах определяют по градуировочным графикам, построенным по стандартным образцам (СО) Используют два метода градуирования приборов метод «трех эталонов» и метод «контрольного эталона»

Регистрация спектров — фотографическая или фотоэлектрическая

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с изменениями

При проведении анализа фотографическим методом градуировочные графики строят в координатах

$$\Delta S - C, \lg \frac{I}{I_{ср}} - \lg C,$$

где $_{\Delta}S$ — разность почернений линий определяемого элемента и элемента сравнения,

C — массовая доля определяемого элемента в СО,

$\frac{I}{I_{ср}}$ — относительная интенсивность линии определяемого элемента и линии сравнения

При проведении анализа фотоэлектрическим методом градуировочные графики строят в координатах

$$n—\lg C,\ n—C,\ \lg n—\lg C,$$

где n — показание выходного измерительного устройства

1 2 При проведении анализа применяют Государственные стандартные образцы (ГСО) № 484-74 — 490-74, 532-74 — 538-74 584-74 — 588-74, 748-75 — 752-75, 958-76 — 961-76, 1062-76— 1069-76, 1161-77 — 1165-77, 1196-77 — 1199-77, 1200-77 — 1205-77, 1206-77 — 1211-77, 1212-77 — 1217-77, 1251-77 — 1255-77, 1305-78 — 1308-78, 1620-79 —1623-79, 1672-79 — 1676-79, 1884-80 — 1887-80 1888-80 —1890-80, 2201-81 —2206-81, 2821-83 — 2825-83, 2877-84 — 2880-84, 3225-85 — 3234-85, 3430-86 — 3434-86, 3697-87 — 3703-87, 4219-88 — 4222-88, 4234-88 — 4238-88, 4344-88 — 4348-88, 4413-88 — 4419-88, 5047-89 — 5050-89, 5067-89 — 5071-89, 5276-90 — 5279-90, 5383-90 — 5389-90, отраслевые стандартные образцы (ОСО) № 4-85 — 8-85, 8-84 — 11-84, 12-84 — 16-84, 16-81 — 20-81, 17-84 — 19-84, 21-81 —25-81, 26-81 — 29-81, 53-82 — 57-82, 58-82 — 61-82, 66-83 —73-83, 371-88 —376-88, 391-89 — 394-89, 411-90 — 414-90

Допускается также применение стандартных образцов предприятия (СОП) вновь выпускаемых стандартных образцов алюминиевых сплавов всех категории, соответствующих требованиям ГОСТ 8 315

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.3. Отбор проб проводят по нормативно-технической документации.

1.4. Проверку правильности определения массовой доли элементов проводят по контрольным пробам, сравнивая результаты спектрального анализа с результатами анализа, выполненного химическими методами по ГОСТ 11739.1 — ГОСТ 11739.24 не реже одного раза в квартал.

Значение абсолютного допускаемого расхождения должно быть не более рассчитанного по формуле

$$\left| C_x - C_a \right| \leq 2 \sqrt{S_a^2 \cdot C_a^2 + S_{ax}^2 \cdot C_x^2} ,$$

где C_x — результат анализа пробы, выполненного химическим методом, %;

C_a — результат анализа пробы, выполненного спектральным методом, %;

S_a — среднее квадратическое отклонение, характеризующее воспроизводимость результатов спектрального анализа;

S_{ax} — среднее квадратическое отклонение, характеризующее воспроизводимость результатов химического анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ФОТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

2.1. Сущность метода

Метод основан на возбуждении спектра сплава дуговым или искровым разрядом с последующей регистрацией его на фотопластинке с помощью спектрографа.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Спектрограф с кварцевой оптикой, средней дисперсии, типа ИСП-30.

Искровой генератор типа ИГ-3 или ИВС-23 или дуговой типа ДГ-2 или ИВС-28.

Микрофотометр типа МФ-2 и ИФО-460.

Ослабители трех- и девятиступенчатые.

Угли спектральные марок ОСЧ-7—3, С-2, С-3 в виде прутков диаметром 6 мм.

Прутки алюминиевые марок А99, А97 по ГОСТ 11069, диаметром 3—8 мм.

Фотопластинки спектральные типов 1, 2, 3, ЭС, УФШ, ПФС-01, ПФС-02, ПФС-03, ПФС-04, ПФС-05 чувствительностью от 3 до 20 единиц.

Станок токарный настольный типа ТВ-16.

Приспособление для заточки углей.

Проявитель, состоящий из двух растворов.

Раствор I:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — 1000 см^3;

метол (пара-метиламинофенолсульфат) — 2 г;

натрий сернистокислый 7-водный по ГОСТ 429 — 104 г или

натрий сернистокислый по ГОСТ 195 — 52 г;

гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627 — 10 г;

калий бромистый по ГОСТ 4160 — 2 г.

Раствор II:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — 1000 см^3;

натрий углекислый по ГОСТ 83 — 54 г.

Перед проявлением растворы I и II смешивают в соотношении 3 : 1.

Фиксаж:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709 — 1000 см^3;

натрия тиосульфат кристаллический по ГОСТ 244 — 300 г;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773 — 60 г.

Допускается применение других приборов, оборудования, материалов и реактивов при условии получения метрологических характеристик, предусмотренных настоящим стандартом.

2.3. Подготовка к анализу

Для анализа используют образцы (после заточки): прутки круглого или квадратного сечения диаметром от 5 до 50 мм, длиной 30—100 мм, профили, диски, полосы толщиной не менее 2 мм, «грибки» с диаметром «шляпки» 30—50 мм, толщиной не менее 5 мм.

Допускается использовать образцы меньших размеров при наличии СОП соответствующих размеров.

Обыскриваемую поверхность образцов затачивают на плоскость механической обработкой. Параметр шероховатости поверхности Rz должен быть не более 20 мкм по ГОСТ 2789. С образцов в виде «грибка», полученных заливкой металла в кокиль, снимают с нижней стороны (со шляпки) слой 1,5—2 мм; с прутковых образцов диаметром 5—10 мм, полученных заливкой металла в кокиль, снимают 5—10 мм. Если литой пруток имеет плоский торец, допускается снятие металла с торца на глубину 0,2—0,5 мм.

Таблица 1

Аппаратура материалы и контролируемые параметры	Условия проведения анализа			
	Cu Mg Ti Si Cr Mn Fe Zn Zr V Be Ni Ca Sc во всех сплавах Примеси Ni Cu Zn Si Fe при их массовой доле > 0 1 %	Li Cd и примеси Ni Cu Zn Si, Fe при их массовой доле < 0 1 %	B и примеси Pb, Sn As Sb	Церий
Ширина щели спектрографа мм	0,015—0,025	0,015—0,025	0,015	0,015—0,020
Генератор, тип	ИГ-3, ИВС-23 (схема сложная или простая)	ДГ2, ИВС-28	ДГ2, ИВС-28	ИГ3, ИВС-23 (схема сложная)
Емкость мкФ	0,005—0,01	—	—	0,01
Самоиндукция, мГн	0, 0,01 0,05	—	—	0
Сила тока, А	1,5—2,5	2—3	5—7	2—3
Аналитический промежуток мм	2,0—2,5	1,5—2,0	1,5—2,0	2,0
Задающий промежуток разрядника мм	3,0	0,5—0,9	0,5—0,9	3,0
Число цугов	1 2	—	—	1,2
Обжиг с	30—90	5—10	5—10	Без обжига
Противоэлектрод	Угольный или алюминиевый			
Фотопластинки, тип	1 2 ЭС	2 ЭС, УФШ		1 2 ЭС
Система координат	ΔS—lg C	ΔS—lg C ΔS— C	ΔS—lg C $\lg \frac{I}{I_{ср}}$ — lg C ΔS— C	$\lg \frac{I}{I_{ср}}$ — lg C

Примечания

1 Время экспозиции устанавливают в зависимости от чувствительности фотопластинок, оно должно быть не менее 15 с

2 При определении церия для получения одной спектрограммы используют две экспозиции с зачищенных участков образца (по 30 с каждая)

3 Допускается проведение анализа с применением парных электродов с заточкой одного из электродов на плоскость

4 При анализе листов и прутков с размерами меньшими, чем предусмотрено настоящим стандартом, допускается выбор других режимов работы источников света и применение СОП соответствующих АО

Подготовка анализируемых образцов (АО) и СО к анализу должна быть однотипнои для данной серии измерении. На обработанной поверхности не допускаются раковины, царапины, трещины и шлаковые включения.

Противоэлектроды затачивают на сферу радиусом 3—6 мм, конус с углом заточки 120° или усеченныи конус с площадкой диаметром 1—2 мм с углом заточки 40—60°

2.4 Проведение анализа

Условия проведения анализа фотографическим методом на спектрографе типа ИСП-30 приведены в табл. 1.

Длины волн аналитических спектральных линии и диапазоны определяемых массовых долей приведены в табл 2.

Таблица 2

Определяемыи элемент	Длина волны линии определяемого элемента, нм	Длина волны линии сравнения, нм	Диапазон определяемых массовых долей, %
Бериллии	II 313,10 II 313,04*	I 305,01	0,0005—0,02
	I 265,05	I 265,25	0,02—0,9
Ьор	I 249,68 I 249,77**	I 266,92	0,01—0,05
Ванадии	II 311,07 II 310,23	I 305,01	0,05—0,3
			0,03—2,0
Железо	II 259,94 II 259,84 II 275,57 II 275,33	I 266,04 I 265,25	0,5—2,0
Кадмии	I 346,77 I 346,62 I 340,36	I 305,01 I 305,99	0,05—0,5
	I 228,80	I 226,34	0,2—0,5

Продолжение табл. 2

Определяемый элемент	Длина волны линии определяемого элемента, нм	Длина волны линии сравнения, нм	Диапазон определяемых массовых долей, %
Кальций	II 393,37		
	II 396,85		0,01—0,1
	II 317,93	I 305,01	
	II 315,89		0,1—0,5
Кремний	I 288,16	I 305,99 I 266,91	
	I 250,69	I 266,91 I 237,84	0,05—0,5
	I 288,16 I 251,61***	I 265,25 I 266,04	0,2—3,0
	I 252,85	I 265,25	2,0—15
Литий	I 323,26	I 305,01 I 305,99	0,5—2,5
Магний	II 279,08		0,01—0,8
	I 285,21	I 305,01	
	II 292,87	I 266,04	0,5—5,0
	II 293,65	I 265,25	
	277,98		0,8—5,0
	I 277,67		2,0—15,0
Марганец	II 294,92		0,05—1,0
	II 259,37		
	II 260,57	I 305,01	
	293,93	I 266,04	0,1—1,5
	293.31	I 265.25	
	288,95		0,3—2,0
	II 267,26		0,5—2,0

Продолжение табл. 2

Определяемый элемент	Длина волны линии определяемого элемента, нм	Длина волны линии сравнения, нм	Диапазон определяемых массовых долей, %
Медь	I 327,40 I 324,75	I 305,01	0,01—1,0
	II 236,99	I 237,21	1,0—10,0
	II 229,44	I 232,16	2,0—10,0
	I 282,44	I 305,01 I 266,92	2,0—10,0
Никель	I 341,48 I 313,41	I 305,99	0,05—0,5 0,1—0,5
	I 310,15	I 305,01	
	II 251,09	I 266,04	
	II 241,61	I 265,25	0,5—2,5
Олово	I 317,50 I 286,33	I 305,99 I 266,92	0,01—0,3
Мышьяк	I 234,98	I 231,25 Фон	0,002—0,02
Свинец	I 283,30	I 305,99 I 266,92	0,02—0,2
Скандий	II 363,07		0,02—01
	II 335,37	I 305,01	
	II 337,21		0,1—0,4
Сурьма	I 287,79	I 305,99 I 266,92	0,01—0,05
	I 231,15	I 231,25 Фон	0,002—0,05
Титан	II 334,90 II 334,19 II 336,12 II 338,03	I 305,01	0,02—0,3 0,05—0,5 0,1—0,5

Окончание табл 2

Определяемый элемент	Длина волны линии определяемого элемента, нм	Длина волны линии сравнения нм	Диапазон определяемых массовых долей, %
Хром	I 425,43	I 305,01	
	I 283,56	I 266,04 I 265,25	0,02—0,5
Церий	II 320,17	Фон	0,1—0,5
Цинк	II 334,50 I 330,29	I 305,99	0,05—0,5
	I 334,50 I 330,29 I 328,23	I 305,01	0,5—5,0 2,0—8,0 3,0—10,0
	II 255,80 II 250,20	I 266,04 I 265,25	2,0—3,0 2,0—8,0
Цирконии	II 339,19	I 305,01	0,03—0,3

* Линию бериллия λ 313,04 нм используют для анализа сплавов, не содержащих ванадии

** Линию бора λ 249,77 нм используют для анализа сплавов, не содержащих железа

*** Линию кремния λ 251,61 нм используют для анализа сплавов, не содержащих титан

Примечания

1 Спектральные линии элементов, ограниченные в таблице парантезом, могут быть в соответствии с указанными диапазонами массовых долеи объединены в аналитические пары с линиями сравнения в зависимости от выбранных условии анализа

2 Римская цифра I перед значениями длин волн означает принадлежность линии к неитральному атому, цифра II — к однократно ионизированному атому

3 Если в качестве линии сравнения используют фон, последнии измеряют вблизи линии определяемого элемента

При проведении анализа по методу «трех эталонов» выбирают СО анализируемого сплава в количестве не менее трех, спектры СО и АО фотографируют на одной фотопластинке при выбранных условиях анализа с рандомизацией порядка съемки. Для каждого СО и АО фотографируют три спектра.

Измеряют почернения S выбранных аналитических линий и линий сравнения, подсчитывают значение разности почернения ΔS для аналитических пар линий и среднее арифметическое $\Delta S_{ср}$ по трем спектрам.

Строят градуировочный график в координатах: $\Delta S - \lg C$.

Этот график пригоден для анализа тех образцов, спектры которых сняты вместе с СО на одной фотопластинке.

Содержание элемента в АО находят по градуировочному графику.

Время экспозиции выбирают такое, при котором обеспечиваются нормальные почернения всех аналитических линий.

При анализе малых массовых долей допускается использование характеристической кривой, тщательно построенной в области недодержек. Градуировочный график строят в этом случае в координатах:

$$\lg \frac{I}{I_{ср}} - \lg C,$$

где I — интенсивность линии определяемого элемента;

$I_{ср}$ — интенсивность линии сравнения или фона вблизи линии определяемого элемента.

При проведении анализа по методу «контрольного эталона» кроме стандартных образцов, которые используют для построения основного градуировочного графика используют стандартный образец предприятия, который должен удовлетворять следующим требованиям:

по химическому составу должен находиться возможно ближе к середине диапазона массовых долей, указанного в нормативно-технической документации на данный сплав, или к среднему химическому составу АО;

по физическим свойствам, форме и размерам СОП должен максимально приближаться к АО.

Работу начинают с построения основного градуировочного графика. Для этого на одной фотопластинке фотографируют спектры СО данного сплава вместе со спектрами СОП. Спектры каждого СО и СОП фотографируют по пять раз. По средним значениям разности почернений строят градуировочный график основной фотопластинки в координатах: $\Delta S - \lg C$.

При анализе образцов алюминиевых сплавов на рабочей фотопластинке фотографируют спектры АО по три раза каждый и спектры СОП по четыре раза. Определяют разность почернений аналитических пар линий для СОП и АО ($\Delta S_{\text{СОП}}$ и $\Delta S_{\text{АО}}$) как среднее из соответствующего количества спектров. Величину $\Delta S_{\text{СОП}}$ умножают на величину переводного коэффициента K. Переводной коэффициент K, вводимый для учета свойств фотоэмульсии рабочей фотопластинки, вычисляют по формуле

$$K = \frac{\Delta S_1}{\Delta S_2},$$

где ΔS_1 — разность почернений вспомогательной пары линий алюминия или разность почернений линии алюминия для двух ступенек ослабителя, подсчитанная по нескольким спектрам СО и СОП для основной фотопластинки (при условии, что между $\Delta S_{1\text{СОП}}$ и $\Delta S_{1\text{СО}}$ нет систематического расхождения);

ΔS_2 — разность почернений тех же линий алюминия и тех же ступенек ослабителя, подсчитанная для рабочей фотопластинки по СОП и АО.

Для вычисления коэффициента K используют пары линий алюминия Al 265,24 нм — Al 256,79 нм и Al 305,00 нм — Al 305,71 нм и др.

Через точку с координатами $K \cdot \Delta S_{\text{СОП}}$; $\lg C_{\text{СОП}}$ (где $C_{\text{СОП}}$ — массовая доля элемента в СОП) проводят рабочий график, параллельный основному, и определяют массовую долю в АО, пользуясь величиной $K \cdot \Delta S_{\text{АО}}$.

Допускается работать с применением постоянного градуировочного графика, построенного по СО, спектры которых сфотографированы на основной фотопластинке в координатах $(\Delta S - \Delta S_{\text{СОП}}) - \lg C$.

На рабочую фотопластинку фотографируют спектры АО и СОП.

Массовую долю элемента в АО определяют по постоянному градуировочному графику, пользуясь величиной $K(\Delta S_{\text{АО}} - \Delta S_{\text{СОП}})$.

Для упрощения расчетов градуировочный график может быть искусственно приведен к 45°. В этом случае вместо коэффициента K используют коэффициент

$$K_{45} = K\frac{1}{\operatorname{tg}\alpha},$$

где α — угол наклона градуировочного графика для основной фотопластинки, построенного в координатах ΔS—$\lg C$ или $(\Delta S_{\text{АО}} - \Delta S_{\text{СОП}}) - \lg C$, а градуировочный график проводят под углом 45° из точки пересечения первоначального графика (прямой) с осью абсцисс.

2.2 — 2.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

2.5. Обработка результатов

2.5.1. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных измерений, полученных по трем спектрограммам при условии

$$(X_{\text{max}} - X_{\text{min}}) \le 3{,}31 S_r \overline{X}_n;$$

где X_{max} — наибольший результат параллельных измерениі;

X_{min} — наименьший результат параллельных измерений;

S_r — относительное среднее квадратическое отклонение, характеризующее сходимость измерениі;

$\overline{X}_n$ — среднее арифметическое, вычисленное из n параллельных измерений ($n = 3$).

При проведении экспресс-анализа и определении массовых долей элементов менее 1 % допускается результат анализа вычислять по двум параллельным измерениям $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ при условии, что $(\overline{X}_1 - \overline{X}_2) \le 2{,}77 S_r \overline{X}$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.5.2. Если разность результатов анализа и одного из предельных значений содержания элемента для данного сплава по абсолютной величине меньше или равна

$$\frac{S_a \cdot \overline{X}_N}{\sqrt{N}},$$

где N — число определений ($N = 1$ или 2);

S_a — относительное среднее квадратическое отклонение, характеризующее воспроизводимость анализа;

$\overline{X}_N$ — средний результат анализа из одного или двух определений.

Анализ проводят химическими методами по стандартам, указанным в п. 1.4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.5.3. Значения S_a и S_r для фотографического метода анализа приведены в табл. 3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.5.4. Методики вычисления S_r и S_a даны в приложении.

3. ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКИЙ МЕТОД СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

3.1. Метод основан на возбуждении спектра дуговым или искровым разрядом с регистрацией интенсивности спектральных линий с помощью фотоэлектрической установки.

3.2. Аппаратура и материалы

Фотоэлектрическая установка (квантометр) типов ДФС-10М, ДФС-36, МФС-4, МФС-6, МФС-8.

Генератор типов ИГ-3, ГЭУ-1, УГЭ-4, ИВС-1, ИВС-28, «Аркус».

Спектрально чистые угли марок ОСЧ-7—3, С2, С3 в виде прутков диаметром 6 мм.

Прутки алюминия марок А99, А97 по ГОСТ 11069, диаметром 6—8 мм.

Станок токарный типа ТВ-16.

Приспособление для заточки углей.

Допускается применение другой аппаратуры, оборудования и материалов при условии получения метрологических характеристик, предусмотренных настоящим стандартом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Таблица 3

Определяемый элемент	Диапазон определяемых массовых долей, %	Фотографический метод		Фотоэлектрический метод	
		S_a	S_r	S_a	S_r
		не более			
Бериллии, мышьяк, сурьма, натрии	0,0005—0,01	0,15	0,15	0,15	0,15
Бериллий, бор, ванадии, железо, кадмий, кальции, кремний, магний, марганец, медь, никель, олово, свинец, скандий, сурьма, титан, хром, цинк, цирконий	0,01—0,1	0,10	0,10	0,08	0,08
Бериллии, ванадии, железо, кадмий, кальции, кремнии, магнии, марганец, медь, никель, титан, хром, олово, свинец, скандии, цинк, цирконии	0,1—0,5	0,06	0,05	0,05	0,04
Бериллии, железо, кремнии, литии, магнии, марганец, медь, никель, титан, цинк, церий	0,5—2,0	0,05	0,04	0,04	0,03
Кремнии, литий, магнии, медь, никель, цинк, железо, марганец	2,0—5,0	0,05	0,04	0,04	0,03
Кремнии, магнии, медь, цинк	5,0—15,0	0,04	0,03	0,03	0,03

3.3. Подготовка образцов

Образцы готовят в соответствии с п. 2.3.

3.4 Проведение анализа

Анализ проводят по методам «трех эталонов» или «контрольного эталона».

Условия проведения анализа приведены в таблице 4.

Таблица 4

Контролируемые параметры	Условия проведения анализа							
	Квантометр ДФС-10М Генератор ГЭУ-1		Квантометр ДФС-36 Генератор УГЭ-4			Квантометр МФС-4, МФС-6, МФС-8		
						генератор «Аркус»		генератор ИВС-23, ИГ-3
	дуговой режим	низковольтный искровой режим	дуговой режим	низковольтный искровой режим	высоковольтный искровой режим	дуговой режим	низковольтный искровой режим	высоковольтный искровой режим
Напряжение питания, В	220±5							
Сила тока, А	1,6—4,0	1,5—2,0	1,6—4,0	1,5—2,5	1,5—2,5	1,0—4,0	1,5—2,0	1,5—2,5
Метод управления	Фазовый			Амплитудный		Фазовый		—
Фаза поджига, град	—	90	—	Не контролируется		90	90	Не контролируется
Емкость, мкФ	—	20; 40	—	20; 40	0; 0,003; 0,005; 0,01	—	40	0,01
Индуктивность, мкГн	—	10; 40; 150	—	10; 40; 150	0; 20; 150; 600	—	—	10
Число дуг	—	1	—	1; 2	1; 2; 3; 4	—	1	1; 2
Аналитический промежуток, мм	1,5—2,0							2,0—2,5
Дополнительный разрядный промежуток, мм	—	—	—	—	3,0; 5,0	—	—	3,0—4,0
Ширина входной щели, мм	0,02—0,06							
Ширина выходных щелей, мм	0,035—0,20*							
Обжиг, с	7—10	10—20	7—10	10—20	5—30	20—30	10—20	20—30
Экспозиция, с	20—40	20—40	20—40	20—40	20—60	30	20—40	20—30
Противоэлектрод	Угольный или алюминиевый							
Система координат	n—lg C					n—C или lg n—lg C		

* Ширину выходной щели выбирают в зависимости от массовой доли элемента и степени легирования сплава.

Длины волн аналитических спектральных линий и диапазоны определяемых массовых долей приведены в табл. 5

Таблица 5

Определяемый элемент	Длина волны линии определяемого элемента, нм	Диапазон определяемых массовых долей, %
Бериллий	II 313,04	0,0005—0,2
Бор	I 249,68	0,01—0,05
Ванадий	I 437,92	0,01—0,5
	I 318,34	0,05—0,5
	311,07	0,01—0,5
Железо	I 440,47	0,05—2,0
	I 358,12	0,1—2,0
	I 302,06	0,05—2,0
	II 259,94	0,01—2,0
	239,56	0,1—0,5
Кремний	I 390,55	0,5—11,0
	I 288,16	0,1—11,0
	I 252,85	5,0—15,0
	I 251,61	0,1—11,0
Кадмий	I 508,58	0,1—1,0
	II 226,50	
Литий	I 670,78	0,1—2,5
	I 610,36	
	I 497,20	
	I 460,29	
	I 323,26	
Магний	I 518,36	0,03—7,0
	I 517,27	0,1—7,0
	I 285,21	0,01—1.0
	280,27	0,01—1,0
	II 279,08	0,01—7,0
	277,98	0,1—0,5
Медь	I 521,82	0,06—7,0
	I 510,55	0,1—6,0
	I 327,40	0,01—1,0
	II 236,99	1,0—7,0
	II 213,59	0,5—7,0
Мышьяк	I 234,98	0,01—0,1
Марганец	293,31	
	II 259,37	0,01—2,0
Натрий	I 588,99	0,0005—0,01

Окончание табл. 5

Определяемый элемент	Длина волны линии определяемого элемента, нм	Диапазон определяемых массовых долей, %
Никель	I 341,48	0,04—3,0
	II 231, 60	0,01—2,0
Олово	I 380,10	0,01—0,3
	I 317,50	
	I 286,33	
Свинец	I 405,78	0,02—0,2
	I 283,30	
Сурьма	I 323,25	0,01—0,1
	I 252,85	
	I 231,15	
Титан	I 498,17	0,01—0,5
	I 453,32	0,02—0,2
	I 365,35	0,02—0,8
	337,28	0,01—2,0
	II 334,90	0,02—2,0
Хром	I 425,43	0,01—0,5
	II 283,56	
Цинк	481,05	0,01—5,0
	472,22	1,0—9,0
	I 334,50	0,01—9,0
Цирконий	II 343,82	0,01—0,5
	II 339,20	

Примечание. В качестве линий сравнения используют линии алюминия: I 396,15; I 394,40; I 360,17; I 305,01; I 266,04; I 256,80 или неразложенный свет.

Аналитические линии выбирают в зависимости от массовой доли элемента в образце и возможности размещения выходных щелей на каретках квантометра. Допускается использование других аналитических линий при условии, что они обеспечивают метрологические характеристики, предусмотренные настоящим стандартом.

Содержание элемента в АО при проведении анализа по методу «трех эталонов» определяют с помощью градуировочного графика, построенного по СО.

Для приборов, в которых показание n измерительного устройства пропорционально логарифму интенсивности спектральной линии, градуировочные графики строят в координатах: n — $\lg C$.

Спектры каждого СО и АО регистрируют не менее трех раз.

При проведении анализа по методу «контрольного эталона» на приборах I типа: строят основной градуировочный график в координатах: n — $\lg C$. При анализе АО регистрируют спектры СОП и АО. Через точку с координатами $n_{\text{соп}}$; $\lg C_{\text{соп}}$ проводят рабочий график параллельный основному и по нему определяют массовую долю элемента АО.

При проведении анализа по методу «контрольного эталона» на приборах II типа: регистрируют спектры СО, по усредненным отсчетам строят градуировочный график в координатах: n — C и продолжают его до пересечения с осью концентраций. Точка пересечения будет являться «точкой вращения» градуировочного графика, при условии постоянства «нулевого» отсчета прибора по соответствующему каналу и прямолинейности градуировочного графика.

Перед анализом образцов регистрируют спектры СОП, через точку с координатами: $n_{\text{соп}}$; $C_{\text{соп}}$ и «точку вращения» проводят рабочий градуировочный график, по которому определяют массовую долю элемента в АО.

Если градуировочный график строят в координатах: $\lg n$—$\lg C$, то рабочий график проводят параллельно основному, через точку с координатами: $\lg n_{\text{соп}}$; $\lg C_{\text{соп}}$ и по нему определяют массовую долю элемента в АО.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Обработку результатов анализа проводят в соответствии с пп. 2.5.1; 2.5.2.

3.5.2. Значения $S_{\text{а}}$ и $S_{\text{г}}$ для фотографического метода анализа приведены в табл. 3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

ОЦЕНКА ТОЧНОСТИ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

1. Точность спектрального анализа — качество измерений, отражающее близость их результатов к истинному значению измеряемой величины — определяется величиной систематических и случайных погрешностей при условии, что промахи исключены из расчетов (случайные погрешности подчиняются нормальному закону распределения).

2. При правильно настроенной спектральной аппаратуре и выполнении рекомендаций стандарта по процедуре анализа основными источниками систематических погрешностей являются погрешности, связанные с влиянием структуры и химического состава проб на результаты анализа.

Эти погрешности должны быть выявлены сопоставлением результатов анализа проб, выполненного химическим и спектральным методами по большой выборке (не менее 20 проб).

Если факт наличия таких погрешностей установлен, то их устраняют корректировкой положения градуировочного графика по СОП.

3. Результат анализа пробы, полученный как среднее арифметическое, например, из трех (двух) параллельных измерений, т. е. по трем (двум) спектрам, следует рассматривать, как одно определение.

4. Воспроизводимость результатов спектрального анализа — качество измерений, отражающее близость друг к другу результатов измерений, выполненных в различных условиях, характеризуется величиной относительного среднего квадратического отклонения единичного определения S_a.

5. Для подсчета S_a выбирают не менее пяти образцов одной марки сплава, имеющих приблизительно один и тот же химический состав, и в течение 5 сут проводят их анализ сериями (одна серия в сутки).

Регистрацию спектров в каждой серии производят в различной последовательности, т. е. с рандомизацией.

Спектры одной серии регистрируют на одной фотопластинке.

На каждой фотопластинке получают по три спектра каждого образца и по три спектра каждого СО. Последние необходимы для построения или корректировки градуировочных графиков.

При фотоэлектрической регистрации перед началом измерений проводят корректировку положения градуировочных графиков, а затем регистрацию спектров образцов.

Всего от каждого образца получают за 5 сут по 15 измерений (пять определений).

Для каждого образца вычисляют среднее квадратическое отклонение S_j по формуле

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{i=n} (C_j - C_{ij})^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где C_j — средняя массовая доля элемента в j-ом образце, вычисленная из пяти определений;

C_{ij} — массовая доля элемента по i-му определению в j-ом образце, вычисленная из трех измерений;

n — число определений ($n = 5$).

Вычисляют среднее квадратическое отклонение S' по формуле

$$S'_a = \sqrt{\frac{S_1^2 + S_2^2 + S_3^2 + S_4^2 + S_5^2}{q}}, \quad (2)$$

где S_1, S_2, ... S_5 — среднее квадратическое отклонение, подсчитанное соответственно по первому, второму и т. д. образцам по формуле (1);

q — число образцов ($q = 5$).

Относительное среднее квадратическое отклонение S_a, характеризующее воспроизводимость анализа, вычисляют по формуле

$$S_a = \frac{S'_a}{C}, \quad (3)$$

где C — средняя массовая доля элемента в образцах, вычисленная по формуле

$$C = \frac{C_1 + C_2 + C_3 + C_4 + C_5}{q}, \quad (4)$$

где C_1, C_2, ... C_5 — массовая доля элемента соответственно в первом, втором и т. д. образцах, вычисленная из 5 определений.

Контроль воспроизводимости рекомендуется проводить один раз в течение 3—6 мес. При этом полученные значения S_a должны быть не более значений, приведенных в табл. 3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6. Сходимость измерений — качество измерений, отражающее близость друг к другу результатов измерений, выполненных в одинаковых условиях — характеризуется величиной относительного среднего квадратического отклонения единичного измерения S_r.

7. Значение S_r находят по серии из 20 параллельных измерений для одного образца при правильно настроенной аппаратуре.

Среднее квадратическое отклонение S'_r вычисляют по формуле

$$S'_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{i=n_c} (C_0 - C_i)^2}{n_c - 1}}, \qquad (5)$$

где C_0 — средняя массовая доля элемента в образце, вычисленная из 20 параллельных измерений;

C_i — массовая доля элемента в образце, вычисленная по i-му измерению;

n_c — число измерений в серии ($n_c = 20$).

Относительное среднее квадратическое отклонение S_r, характеризующее сходимость измерений, вычисляют по формуле

$$S_r = \frac{S'_r}{C_0}. \qquad (6)$$

8. При проведении анализа часто возникает необходимость в оценке погрешности результата анализа ε и доверительных пределов. При доверительной вероятности 0,95 и исключенных систематических погрешностях ε вычисляют по формуле

$$\varepsilon = \pm \frac{2 \cdot S_a \cdot C_a}{\sqrt{N}}. \qquad (7)$$

где N — число определений, по которым вычислен результат анализа образца (обычно в спектральном анализе $N = 1$ или 2);

C_a — результат анализа образца, вычисленный по N определениям.

Вычисленное значение означает, что с надежностью 95 % истинное значение определяемой величины лежит в интервале значении

$$C_a - \frac{2\,S_a\,C_a}{\sqrt{N}} \text{ и } C_a + \frac{2\,S_a\,C_a}{\sqrt{N}},$$

и наиболее вероятным результатом анализа является C_a.

Если доверительный интервал перекрывает определяемый (по ГОСТ 4784 и ГОСТ 1583), то анализ рекомендуется проводить другим, более точным методом.

9. Смещение градуировочного графика относительно основного (дреиф D на уровне СОП) считается значимым, если он превышает среднее квадратическое отклонение четырех измерении, т. е. при $D > \frac{S_r\,C_{СОП}}{\sqrt{n_D}}$ необходима корректировка графика,

где n_D — число параллельных измерении для СОП, по которому контролируется положение графика ($n_D = 4$);

$C_{СОП}$ — массовая доля элемента в СОП

Положение градуировочного графика рекомендуется контролировать по 1—2 СОП 1—3 раза в смену.

10. Комплексную оценку работы генератора возбуждения спектра, спектрального прибора и электронного измерительного устроиства рекомендуется периодически проводить путем определения относительного среднего квадратического отклонения S по серии из 20 параллельных измерении по формулам (5) и (6).

Наиденное значение S сравнивают с S_r, т е. с тем средним квадратическим отклонением, которое было вычислено ранее при настроенной аппаратуре

Сравнение проводят по F-критерию Если $F = \frac{S_c^2}{S_r^2}$ больше, чем табличное значение $F_{табл}$, то это указывает на то, что аппаратура требует настроики

При доверительной вероятности 0,95 и указанном числе измерении в серии ($n = 20$) $F_{табл} = 2.1$

Такую проверку рекомендуется проводить один раз в 1—3 мес

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством авиационной промышленности СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Ф. Коротков, Н. М. Скляров, В. И. Добаткин, Г. И. Фридман

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.06.81 г № 2942**

3. **Периодичность проверки 5 лет**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 7727—75**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.315—91	1.2	ГОСТ 11739.5—90	1.4
ГОСТ 83—79	2.2	ГОСТ 11739.6—82	1.4
ГОСТ 195—77	2.2	ГОСТ 11739.7—82	1.4
ГОСТ 244—76	2.2	ГОСТ 11739.8-90 —	1.4
ГОСТ 1583—93	Приложение	ГОСТ 11739.10-90	
ГОСТ 2789—73	2.3	ГОСТ 11739.11-82—	1.4
ГОСТ 3773—72	2.2	ГОСТ 11739.15-82	
ГОСТ 4160—74	2.2	ГОСТ 11739.16-90 —	1.4
ГОСТ 4784—74	Приложение	ГОСТ 11739.19-90	
ГОСТ 6709—72	2.2	ГОСТ 11739.20—82	1.4
ГОСТ 11069—74	2.2, 2.3	ГОСТ 11739.21-90—	
ГОСТ 11739.1—90	1.4	ГОСТ 11739.22-90	1.4
ГОСТ 11739.2—90	1.4	ГОСТ 11739.23-82 —	1.4
ГОСТ 11739.3—82	1.4	ГОСТ 11739.24-82	
ГОСТ 11739.4—90	1.4	ГОСТ 19627—74	2.2

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 02.04.92 № 357

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1996 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1986 г., апреле 1992 г. (ИУС 3—87, 7—92)

Редактор *Т. А. Леонова*
Технический редактор *Л. А. Кузнецова*
Корректор *Н. И. Гаврищук*
Компьютерная верстка *В. Н. Романовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 06.02.97. Подписано в печать 28.02.97.
Усл. печ. л. 1,63. Уч.-изд. л. 1,40. Тираж 224 экз. С 221. Зак. 309.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru