УДК 669.11—462.091.4 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

Метод фотоэлектрического спектрального анализа кремния, марганца и фосфора

ГОСТ 16412.9—91

Iron powder.
Method of photoelectric spectral analysis of silicon, manganese and phosphorus

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт устанавливает фотоэлектрический метод определения кремния от 0,01 до 0,12%, марганца от 0,02 до 0,30% и фосфора от 0,01 до 0,04% в железном порошке.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на возбуждении излучения атомов анализируемого образца электрическим разрядом, разложении излучения в спектр, измерении аналитических сигналов, пропорциональных интенсивности спектральных линий, и последующем определении значений массовой доли элементов с помощью градуировочных характеристик.

3. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

Фотоэлектрические вакуумные и воздушные установки индивидуальной градуировки.

Аргон газообразный первого и высшего сорта по ГОСТ 10157.

Электропечь для сушки и очистки аргона типа СУОЛ-0,4,4/12-Н2-У4,2.

Кондиционеры, обеспечивающие постоянную температуру и влажность воздуха в помещении.

Шлифовальный станок 3Е881.

Универсальный станок для заточки электродов КП-35.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

Шкурка шлифовальная бумажная типа 2 на бумаге марки ШБ-200 (П7) из нормального электрокорунда зернистостью 40—60 по ГОСТ 6456 или другого типа, обеспечивающая необходимое качество заточки.

Для вакуумных фотоэлектрических установок используют постоянные электроды — медные, серебряные, вольфрамовые и титановые прутки диаметром 1—6 мм и графитовые стержни С-3, диаметром 6 мм.

Для воздушных фотоэлектрических установок используют медные прутки марки М00, М1, М2 по ГОСТ 858 и электроды графитовые, спектрально чистые, марки С-3 по нормативно-технической документации диаметром 6 мм длиной не менее 50 мм.

Пресс, обеспечивающий усилие не менее 70 кН.

4. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

4.1. Отбор проб проводят по ГОСТ 9849.

4.2. Отобранную пробу тщательно перемешивают, отбирая меркой часть железного порошка массой 5—6 г.

4.3. Брикеты прессуют в стальной пресс-форме с добавлением связки (порошок меди или графитовый порошок) без нее на прессе в течение 20 с с давлением, обеспечивающим достаточную прочность. Диаметр таблетки и ее высота должны соответствовать конструктивным параметрам фотоэлектрической установки.

4.4. Брикеты стандартных образцов предприятия (СОП) хранят в закрытых стеклянных банках.

4.5. Брикеты стандартных и анализируемых образцов перед анализом затачивают на шлифовальном станке.

4.6. Подготовку установки к выполнению измерений проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

4.7. При фотоэлектрической регистрации спектра установление градуировочных характеристик осуществляют с помощью стандартных образцов (СО), аттестованных в соответствии с ГОСТ 8.315.

4.8. При первичной градуировке выполняют не менее пяти серий измерений в разные дни работы фотоэлектрической установки. В серии для каждого СО (пробы) проводят по две пары параллельных (выполняемых одно за другим на одной рабочей поверхности) измерений; при большом числе СО (проб) допускается выполнять по одной паре параллельных измерений. Порядок пар параллельных измерений рандомизируют. Вычисляют среднее арифметическое аналитического сигнала из всех 20 измерений для каждого СО (пробы). Для каждого анализируемого элемента устанавливают градуировочную характеристику как зависимость средних значений аналитических сигналов элемента от значений его массовой доли в стандартных образцах (пробах) методом наимень-

ших квадратов или графическим методом. Градуировочные характеристики выражают в виде графиков, таблиц, уравнений.

При использовании фотоэлектрической установки, управляемой компьютером, градуировку проводят в порядке, предусмотренном программой.

Допускается использовать градуировочные характеристики с введением поправок, корректирующих влияние химического состава.

4.9. Повторную градуировку выполняют в соответствии с п. 4.8, при этом допускается сокращение числа измерений.

4.10. При оперативной градуировке (метод трех эталонов) выполняют два параллельных измерения каждого СО. Допускается увеличение числа параллельных измерений до четырех.

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. Условия проведения анализа приведены в приложении.

5.2. Длины волн спектральных линий и диапазон значений массовой доли элементов приведены в приложении.

5.3. Допускается применение других условий проведения анализа и спектральных линий, обеспечивающих точность анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

5.4. Для каждого определяемого элемента выполняются три параллельных измерения. Допускается выполнение двух или четырех параллельных измерений.

5.5. Значение массовой доли контролируемого элемента в пробе, представленной тремя образцами, находят как среднее арифметическое результатов трех измерений, полученных по одному от каждого из трех образцов.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. Если расхождения значений аналитических сигналов, выраженные в единицах массовой доли не более 1,10 $d_{сх}$ (см. табл. 3 приложения) — для четырех параллельных измерений, $d_{сх}$ — для трех параллельных измерений и 0,84 $d_{сх}$ — для двух параллельных измерений, вычисляют среднее арифметическое.

В случае превышения величины допускаемых расхождений между результатами параллельных измерений, анализ повторяют после новой заточки пробы. Расхождения не должны превышать величин, указанных в табл. 3 приложения.

6.2. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух, трех или четырех параллельных измерений, удовлетворяющих требованию п. 6.1.

6 3. Если при повторных измерениях расхождения результатов первичного и повторного анализов превышают значения, указанные в табл. 3, делают дублирующую пробу.

6.4. Если для дублирующей пробы расхождения результатов трех измерений превышают допускаемые значения $d_{сх}$, выявляют и устраняют причины, вызвавшие повышенное рассеяние результатов измерений.

7. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

7 1 Контроль стабильности градуировочных характеристик

7 1 1. Не реже чем через 4 ч работы фотоэлектрической установки осуществляют контроль стабильности градуировочных характеристик для верхнего и нижнего пределов диапазона измерений

Допускается выполнять контроль только для верхнего предела или только для середины диапазона измерений.

7.1 2. Стабильность градуировочных характеристик контролируют с помощью СО или однородных проб, для чего проводят два параллельных измерения Допускается увеличение числа параллельных измерений до четырех Расхождения значений аналитических сигналов, выраженных в единицах массовой доли, не должно превышать значений, указанных в п 6.1 и табл. 3

7.1 3 Если расхождение результатов параллельных измерений превышает допускаемое значение (см. п. 7.1.2), проводят повторные измерения аналитического сигнала для СО (пробы) в соответствии с п 7.1 2.

7 1.4 Если расхождение результатов превышает допускаемое значение 0,5 $d_в$ (см. табл. 3), то измерение повторяют в соответствии с пп. 7.1 2 и 7 1 3 При повторном превышении расхождения допускаемого значения осуществляют восстановление градуировочной характеристики регулировкой параметров установки или корректировкой результатов измерений введением поправок

7 1 5 Внеочередной контроль стабильности осуществляют после ремонта или планово-профилактического осмотра фотоэлектрической установки.

7 2. Контроль воспроизводимости результатов анализа

7 2 1 Контроль воспроизводимости результатов анализа выполняют повторным определением массовой доли контролируемых элементов в проанализированных ранее пробах не реже одного раза в квартал

7 2 2 Число повторных определений должно быть не менее 0,3% общего числа определений

7.2.3. Вычисляют число расхождений результатов первичного и повторного анализов, превышающих допускаемое значение $d_в$ (см. табл. 3). Если расхождение результатов первичного и повторного анализов превышает допускаемое значение не более чем на 5% случаев, то воспроизводимость измерений считают удовлетворительной.

7.3. Контроль правильности результатов анализа

7.3.1. Контроль правильности проводят выборочным сравнением результатов спектрального анализа проб с результатами химического анализа, выполняемого стандартизованными или аттестованными в соответствии с ГОСТ 8.010 методиками, не реже одного раза в квартал.

7.3.2. Число результатов спектрального анализа, контролируемых методами химического анализа, устанавливается в соответствии с п. 7.2.2.

7.3.3. Вычисляют число расхождений результатов спектрального и химического анализов, превышающих допускаемое значение $d_в$ (см. табл. 3). Если расхождение результатов спектрального и химического анализов превышает допускаемое значение не более чем в 5% случаев, то точность спектрального анализа считают согласованной с точностью химического анализа.

7.3.4. Допускается частично выполнять контроль правильности методом спектрального анализа на основе воспроизведения значений массовой доли элемента в стандартном образце предприятия.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

Таблица 1

Условия проведения анализа

Контролируемые параметры	Воздушные фотоэлектрические установки		Контролируемые параметры	Вакуумные фотоэлектрические установки	
	МФС-4	МФС-6		ДФС-41	ДФС-51
	генератор «Аркус»	генератор ИВС-28		ИВС-1, ИВС-2	ИВС-6
Напряжение, В	220	220	Напряжение, В	600—650	650
Частота, Гц	50, 100	50, 100	Емкость, мкФ	12—40	4—10
Сила тока, А	2,2	4,0	Индуктивность, мкГн	180—500	15—160
Аналитический промежуток, мм	1,5	1,5	Частота, Гц	150	100—50
			Сопротивление, Ом	0,1—16,9	1—10
Время обжига, с	—	—	Ширина выходных щелей	0,04; 0,075	0,04; 0,075
Время экспозиции, с	30	30	Время продувки камеры аргоном, с	7—10	7—10
Электроды	Угольный, заточенный на усеченный конус с площадкой диаметром 1,5 мм		Аналитический промежуток, мм	2—6	2
			Время обжига, с	10—75	10—75
			Время экспозиции, с	5—20	5—20

Таблица 2

Длины волн спектральных линий и диапазоны значений массовой доли элемента

Определяемый элемент	Длина волны определяемого элемента, нм	Диапазон значений массовой доли элементов, %
Фосфор	178,29	0,004—0,15
	214,91	0,005—0,15
Кремний	251,6	0,01—1,50
	288,16	0,01—2,00
Марганец	263,82	0,02—2,20
	293,31	0,02—2,20
Железо*	241,33; 259,9; 282,33	—

* Элемент сравнения.

Таблица 3

Допускаемые расхождения между результатами параллельных измерений

Контролируемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения между результатами трех параллельных измерений $d_{сх}$, %	Допускаемые расхождения между результатами первичного и повторного анализа $d_в$, %
Фосфор	От 0,01 до 0,02 включ	0,005	0,006
	Св. 0,02 » 0.04 »	0,008	0,010
Кремний	От 0,01 » 0,02 »	0,008	0,010
	Св. 0,02 » 0,05 »	0,013	0,016
	» 0,05 » 0,10 »	0,020	0,024
	» 0,10 » 0,12 »	0,025	0,030
Марганец	От 0,02 » 0 05 »	0,007	0,008
	Св 0,05 » 0,10 »	0,010	0,011
	» 0,10 » 0,20 »	0,016	0,018
	» 0,20 » 0,30 »	0,025	0,030

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Академией наук УССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В. Н. Клименко, канд. техн. наук; **А. Е. Кущевский,** канд. хим. наук; **В. А. Дубок,** канд. хим. наук (руководитель темы); **В. И. Корнилова,** канд. хим. наук; **В. В. Гарбуз,** канд. хим. наук; **В. Д. Курочкин,** канд. техн. наук; **Л. Д. Бернацкая; А. К. Гайдученко,** канд. техн. наук; **Л. М. Дружинская; А. А. Заяц; Л. П. Семенютина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 16.05.91 № 693

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 16412.9—80**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 858—81	Разд. 2
ГОСТ 6456—82	Разд. 2
ГОСТ 9849—86	4.1
ГОСТ 10157—79	Разд. 2
ГОСТ 28473—90	Разд. 1

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*
Корректор *И. Л. Асауленко*

Сдано в наб 07.06.91 Подп. в печ. 27.09.91 3,5 усл. п. л. 3,63 усл кр.-отт 3,20 уч.-изд. л
Тир 5000 Цена 1 р 30 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер, 6 Зак. 405

gost.e-ecolog.ru