

**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  $\Delta S - \lg C$ , где  $\Delta S$  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)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9853.6—79)

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 УФС-3.

Раствор А:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72—1000 см<sup>3</sup>;

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 (парадиоксibenзол) по ГОСТ 19627—74 — 10 г;

калий бромистый по ГОСТ 4160—74 — 2 г.

Раствор Б:

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72 — 1000 см<sup>3</sup>;

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<sup>3</sup>;

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 ( $4\pm 0,5$ ) А, напряжение питающей сети — 220 В, фаза поджига  $90^\circ$ , частота разрядов — 100 имп/с, разрядная индуктивность — 10 мкГн. Аналитический межэлектродный промежуток должен быть ( $1,5\pm 0,1$ ) 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  $|X_1 - X_2| \leq d_2$ , 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

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

(Продолжение см. с. 68)

## (Продолжение изменения к ГОСТ 9853.6—79)

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
Железо	Св. 0,06	до 0,13	0,03	0,02	0,04	0,03
	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
Никель	Св. 0,15	до 0,30	0,07	0,06	0,08	0,07
	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.)