



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

# СТАЛЬ

МЕТОД ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

ГОСТ 18895-81

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва

**РАЗРАБОТАН Министерством черной металлургии СССР  
ИСПОЛНИТЕЛИ**

Н. П. Лякишев, В. П. Замараев, Н. В. Буянов, А. В. Титовец, А. В. Кричевская, А. И. Устинова, Е. А. Свешникова.

**ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР**

Член Коллегии А. А. Кугушин

**УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 декабря 1981 г. № 5720**

СТАЛЬ

Метод фотоэлектрического спектрального анализа

Steel. Method of photoelectric spectral analysis

ГОСТ  
18895—81

Взамен  
ГОСТ 18895—73

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 декабря 1981 г. № 5720 срок действия установлен

с 01.01. 1983 г.  
до 01.01. 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотоэлектрический спектральный метод определения в стали элементов, %:

|          |                 |
|----------|-----------------|
| углерод  | от 0,01 до 2,00 |
| сера     | » 0,004 » 0,10  |
| фосфор   | » 0,004 » 0,15  |
| кремний  | » 0,01 » 2,50   |
| марганец | » 0,05 » 2,20   |
| хром     | » 0,01 » 4,00   |
| никель   | » 0,01 » 4,40   |
| медь     | » 0,01 » 1,00   |
| алюминий | » 0,005 » 1,00  |
| мышьяк   | » 0,005 » 0,20  |
| молибден | » 0,01 » 4,00   |
| вольфрам | » 0,02 » 4,00   |
| ванадий  | » 0,01 » 2,00   |
| титан    | » 0,005 » 1,00  |
| ниобий   | » 0,02 » 1,50   |
| бор      | » 0,001 » 0,10  |

Метод основан на возбуждении атомов стали электрическим разрядом, разложении излучения в спектр, измерении аналитических сигналов, пропорциональных интенсивности или логарифму интенсивности спектральных линий, и последующем определении содержания элементов с помощью градуировочных характеристик.

## 1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

1.1. Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 7565—81. Поверхность пробы, предназначенную для обискивания, затачивают на плоскость. На поверхности не допускаются раковины, шлаковые включения, цвета побежалости и другие дефекты; шероховатость поверхности  $Rz$  должна быть не более 20 мкм по ГОСТ 2789—73.

## 2. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

2.1. Фотоэлектрические вакуумные и воздушные установки индивидуальной градуировки.

Отрезные станки типа 8230 и 2К337.

Шлифовальный станок модели ЗЕ881.

Точильно-шлифовальный станок (обдирочно-наждачный) типа ТШ 500.

Универсальный станок для заточки электродов модели КП—35.

Токарно-винторезный станок модели 1604.

Отрезные диски 400×4×32 по ГОСТ 21963—76.

Электрокорундовые абразивные круги с керамической связкой, зернистостью № 50, твердостью СТ-2, размером 300×40×70 по ГОСТ 2424—75.

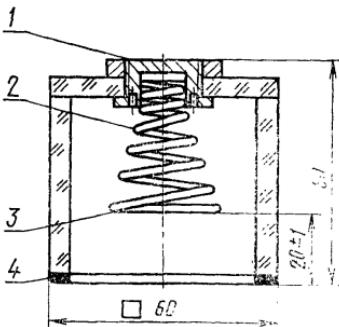
Шлифовальная шкурка типа ШБ-200, зернистостью № 40—50 по ГОСТ 6456—75.

2.2. В случае применения вакуумных фотоэлектрических установок используют постоянные электроды-прутики серебряные, медные и вольфрамовые диаметром 5—6 мм или вольфрамовая проволока диаметром 1—2 мм, длиною не менее 50 мм.

Для воздушных фотоэлектрических установок используют медные прутки марки М00, М1, М2 по ГОСТ 858—78 и угольные стержни диаметром 6 мм, длиною не менее 50 мм.

2.3. Для определения массовой доли элементов в прокатной стали применяют вакуумные и воздушные фотоэлектрические установки. Если образец не перекрывает полностью отверстие в штативе вакуумной фотоэлектрической установки, применяют контактную камеру (см. чертеж) или другое приспособление, ограничивающее отверстие в столе штатива.

## Контактная камера для вакуумного спектрометра



1—контакт; 2—пружина; 3—пластина; 4—прокладка

2.4. Допускается применение другой аппаратуры, оборудования и материалов, обеспечивающих точность анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовку установки к выполнению измерений проводят согласно описанию по обслуживанию и эксплуатации установки.

3.2. Градуировку каждой фотоэлектрической установки осуществляют экспериментально при внедрении методики выполнения измерений с помощью стандартных образцов (СО) состава, аттестованных в соответствии с ГОСТ 8.315—78.

3.3. При первичной градуировке выполняют не менее пяти серий измерений в разные дни работы фотоэлектрической установки. В серии для каждого СО проводят по две пары параллельных (выполняемых одно за другим на одной поверхности) измерений.

Порядок пар параллельных измерений для всех СО в серии рандомизируют. Вычисляют среднее арифметическое значение аналитических сигналов по серии и среднее арифметическое значение аналитических сигналов для пяти серий измерений для каждого СО.

Расчетным или графическим способом устанавливают градуировочные характеристики, которые выражают в виде формулы, графика или таблицы.

Градуировочные характеристики используют для определения массовой доли контролируемых элементов непосредственно или с учетом влияния химического состава и физико-химических свойств объекта.

3.4. Повторную градуировку выполняют в соответствии с п. 3.3, при этом допускается сокращение числа измерений.

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Условия проведения анализа приведены в рекомендуемом приложении (см. табл. 1, 2).

4.2. Длины волн спектральных линий и диапазон значений массовой доли приведены в табл. 1.

Таблица 1

| Определяемый элемент | Длина волны определяемого элемента, нм   | Мешающие элементы  | Диапазон значений массовой доли элементов, %  |
|----------------------|--|--|---|
| Углерод              | 193,09<br>229,69<br>426,73   | —<br>Железо<br>Углерод   | 0,01—2,00<br>0,05—2,00<br>0,02—2,00   |
| Сера                 | 180,73<br>182,04<br>481,55<br>545,39   | —  | 0,004—0,10<br>0,004—0,10<br>0,005—0,10<br>0,005—0,10  |
| Фосфор               | 177,50<br>178,29<br>214,91   | —<br>Железо, вольфрам  | 0,004—0,15<br>0,004—0,15<br>0,005—0,15  |
| Кремний              | 181,69<br>185,07<br>198,84<br>212,41<br>243,52<br>250,69<br>251,61<br>288,16<br>390,55 | —<br>—<br>—<br>—<br>Железо, вольфрам<br>Ванадий, железо<br>Ванадий<br>—<br>— | 0,10—2,50<br>0,01—1,00<br>0,01—2,50<br>0,01—2,50<br>0,10—2,50<br>0,01—1,50<br>0,01—1,50<br>0,01—2,00<br>0,05—2,50 |
| Марганец             | 192,13<br>263,82<br>293,31<br>293,93<br>294,92<br>478,34<br>482,35                     | —  | 0,10—2,00<br>0,10—2,20<br>0,05—2,20<br>0,05—2,20<br>0,05—2,20<br>0,05—2,20<br>0,05—2,20                           |

## Продолжение табл. 1

| Определяемый элемент | Длина волны определяемого элемента, нм | Мешающие элементы  | Диапазон значений массовой доли элементов, % |
|----------------------|--|--------------------|--|
| Хром                 | 205,56                                 | —                  | 0,01—2,00                                    |
|                      | 206,55                                 | Вольфрам           | 0,01—3,00                                    |
|                      | 267,72                                 | Вольфрам           | 0,01—2,00                                    |
|                      | 275,29                                 | Вольфрам           | 0,01—2,00                                    |
|                      | 279,22                                 | Вольфрам           | 0,20—4,00                                    |
|                      | 298,92                                 | —                  | 0,50—4,00                                    |
|                      | 314,72                                 | Кобальт, вольфрам  | 0,10—4,00                                    |
|                      | 520,60                                 | Вольфрам           | 0,01—2,00                                    |
|                      | 425,43                                 | —                  | 0,10—4,00                                    |
|                      | 462,62                                 | —                  | 0,01—2,00                                    |
|                      | 534,58                                 | —                  | 0,05—4,00                                    |
| Никель               | 218,55                                 | —                  | 0,10—4,00                                    |
|                      | 225,39                                 | —                  | 0,01—4,00                                    |
|                      | 227,02                                 | —                  | 0,01—4,00                                    |
|                      | 231,60                                 | —                  | 0,10—4,00                                    |
|                      | 231,72                                 | Железо             | 0,10—4,00                                    |
|                      | 309,71                                 | Марганец, титан    | 0,05—4,00                                    |
|                      | 341,48                                 | —                  | 0,01—1,00                                    |
|                      | 351,51                                 | —                  | 0,01—1,00                                    |
|                      | 385,83                                 | —                  | 0,01—2,00                                    |
|                      | 471,44                                 | —                  | 0,05—4,00                                    |
| Медь                 | 200,04                                 | —                  | 0,01—1,00                                    |
|                      | 211,21                                 | —                  | 0,20—1,00                                    |
|                      | 219,23                                 | —                  | 0,01—1,00                                    |
|                      | 223,01                                 | —                  | 0,10—1,00                                    |
|                      | 224,26                                 | —                  | 0,10—1,00                                    |
|                      | 282,44                                 | —                  | 0,05—1,00                                    |
|                      | 324,75                                 | Ниобий, марганец   | 0,01—1,00                                    |
|                      | 327,40                                 | Ниобий             | 0,01—0,50                                    |
|                      | 510,55                                 | Вольфрам           | 0,01—1,00                                    |
| Алюминий             | 186,28                                 | —                  | 0,005—1,00                                   |
|                      | 199,05                                 | —                  | 0,005—1,00                                   |
|                      | 257,51                                 | —                  | 0,01—1,00                                    |
|                      | 308,22                                 | Ванадий            | 0,01—1,00                                    |
|                      | 394,40                                 | —                  | 0,005—0,50                                   |
|                      | 396,15                                 | Молибден, цирконий | 0,005—0,50                                   |

Продолжение табл. 1

| Определяемый элемент | Длина волны определяемого элемента, нм | Мешающие элементы | Диапазон значений массовой доли элементов, % |
|----------------------|--|-------------------|--|
| Мышьяк               | 189,04                                 | —                 | 0,005—0,15                                   |
|                      | 193,76                                 | —                 | 0,005—0,15                                   |
|                      | 197,26                                 | —                 | 0,005—0,15                                   |
|                      | 234,98                                 | Ванадий           | 0,01—0,15                                    |
|                      | 286,05                                 | —                 | 0,02—0,15                                    |
| Молибден             | 202,03                                 | Железо            | 0,05—4,00                                    |
|                      | 281,62                                 | Алюминий          | 0,05—4,00                                    |
|                      | 317,04                                 | Железо            | 0,01—2,00                                    |
|                      | 386,41                                 | —                 | 0,01—2,00                                    |
|                      | 476,02                                 | —                 | 0,10—4,00                                    |
|                      | 553,31                                 | Вольфрам          | 0,10—4,00                                    |
|                      | 603,07                                 | —                 | 0,10—4,00                                    |
| Вольфрам             | 202,92                                 | —                 | 0,10—4,00                                    |
|                      | 207,91                                 | —                 | 0,05—4,00                                    |
|                      | 209,86                                 | —                 | 0,10—4,00                                    |
|                      | 220,45                                 | Алюминий          | 0,05—4,00                                    |
|                      | 239,71                                 | —                 | 0,10—4,00                                    |
|                      | 258,69                                 | —                 | 0,10—4,00                                    |
|                      | 330,00                                 | Железо            | 0,10—4,00                                    |
|                      | 364,65                                 | Ванадий           | 0,10—4,00                                    |
|                      | 400,88                                 | Железо, титан     | 0,02—4,00                                    |
|                      | 465,99                                 | —                 | 0,02—4,00                                    |
|                      | 484,35                                 | —                 | 0,10—4,00                                    |
| Ванадий              | 214,01                                 | —                 | 0,10—2,00                                    |
|                      | 266,33                                 | Свинец            | 0,10—2,00                                    |
|                      | 271,57                                 | Вольфрам, ниобий  | 0,01—2,00                                    |
|                      | 311,07                                 | Титан, железо     | 0,01—2,00                                    |
|                      | 311,84                                 | —                 | 0,01—0,50                                    |
|                      | 312,29                                 | —                 | 0,01—2,00                                    |
|                      | 313,03                                 | Вольфрам          | 0,01—0,50                                    |
|                      | 411,18                                 | Хром              | 0,10—2,00                                    |
|                      | 437,92                                 | —                 | 0,01—2,00                                    |
|                      |  |                   |  |
| Титан                | 190,80                                 | —                 | 0,005—0,50                                   |
|                      | 316,85                                 | —                 | 0,005—1,00                                   |
|                      | 324,20                                 | —                 | 0,005—1,00                                   |
|                      | 334,94                                 | Ниобий            | 0,005—1,00                                   |
|                      | 337,28                                 | Ниобий            | 0,005—1,00                                   |
|                      | 363,55                                 | —                 | 0,03—1,00                                    |
|                      | 453,32                                 | —                 | 0,005—1,00                                   |

Продолжение табл. 1

| Определяемый элемент | Длина волны определяемого элемента, нм | Мешающие элементы       | Диапазон значений массовой доли элементов, % |
|----------------------|--|-------------------------|--|
| Ниобий               | 212,65                                 | —                       | 0,10—1,50                                    |
|                      | 295,09                                 | —                       | 0,02—1,50                                    |
|                      | 309,42                                 | Ванадий, вольфрам, медь | 0,02—1,50                                    |
|                      | 320,63                                 | Вольфрам, хром          | 0,10—1,50                                    |
|                      | 351,54                                 | Никель                  | 0,02—1,50                                    |
|                      | 358,03                                 | —                       | 0,02—1,50                                    |
|                      | 372,05                                 | Вольфрам, железо        | 0,10—1,50                                    |
|                      | 410,09 <sup>30</sup>                   | Железо                  | 0,02—1,50                                    |
|                      | 534,42                                 | —                       | 0,02—1,50                                    |
| Бор                  | 182,59                                 | —                       | 0,001—0,10                                   |
|                      | 208,96                                 | —                       | 0,001—0,10                                   |
|                      | 249,68                                 | Вольфрам, железо        | 0,001—0,10                                   |
| Железо               | 187,75                                 | —                       |  |
|                      | 241,33                                 | —                       |  |
|                      | 249,33                                 | —                       |  |
|                      | 262,83                                 | Вольфрам                |  |
|                      | 271,44                                 | Кобальт, ванадий        |  |
|                      | 272,02                                 | Вольфрам                |  |
|                      | 281,33                                 |                         | Линии сравнения                              |
|                      | 282,33                                 |                         |  |
|                      | 297,01                                 |                         |  |
|                      | 300,96                                 |                         |  |
|                      | 309,16                                 |                         |  |
|                      | 438,35                                 | —                       |  |
|                      | 440,48                                 |                         |  |
|                      | 447,60                                 |                         |  |

Из приведенных линий для конкретной аналитической методики выбирают оптимальные линии в зависимости от их интенсивности типа фотоэлектрической установки, наложения других линий, возможности размещения выходных щелей на каретках прибора.

4.3. Выполняют три параллельных измерения для каждого контролируемого элемента анализируемой пробы. Допускается выполнять два параллельных измерения.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух или трех параллельных определений.

5.2. Если расхождение значений аналитического сигнала, выраженное в единицах массовой доли, не более  $d_{cx}$  (табл. 2) для трех параллельных измерений или  $0,8 d_{cx}$  для двух параллельных измерений, вычисляют среднее арифметическое этих определений.

Таблица 2

| Контролируемый элемент | Диапазон значений массовой доли, % | Допускаемое расхождение трех параллельных измерений<br>*<br>$d_{cx}$ , % | Допускаемое расхождение результатов первичного и повторного анализа, $d_B$ , %<br>** |
|------------------------|------------------------------------|--|--|
| Углерод                | От 0,01 до 0,020                   | 0,004  | 0,005  |
|                        | Св. 0,020 » 0,040                  | 0,007  | 0,009  |
|                        | » 0,040 » 0,10                     | 0,010  | 0,013  |
|                        | » 0,10 » 0,20                      | 0,015  | 0,020  |
|                        | » 0,20 » 0,40                      | 0,020  | 0,025  |
|                        | » 0,40 » 0,80                      | 0,040  | 0,050  |
|                        | » 0,80 » 2,00                      | 0,050  | 0,060  |
| Сера                   | От 0,004 до 0,010                  | 0,0025   | 0,003  |
|                        | Св. 0,010 » 0,025                  | 0,004  | 0,005  |
|                        | » 0,025 » 0,050                    | 0,006  | 0,008  |
|                        | » 0,050 » 0,10                     | 0,010  | 0,013  |
| Фосфор                 | От 0,004 до 0,008                  | 0,003  | 0,004  |
|                        | Св. 0,008 » 0,015                  | 0,004  | 0,005  |
|                        | » 0,015 » 0,03                     | 0,005  | 0,006  |
|                        | » 0,03 » 0,06                      | 0,006  | 0,008  |
|                        | » 0,06 » 0,15                      | 0,008  | 0,010  |
| Кремний                | От 0,010 до 0,020                  | 0,006  | 0,008  |
|                        | Св. 0,020 » 0,050                  | 0,010  | 0,013  |
|                        | » 0,050 » 0,10                     | 0,015  | 0,020  |
|                        | » 0,10 » 0,20                      | 0,020  | 0,025  |
|                        | » 0,20 » 0,40                      | 0,030  | 0,040  |
|                        | » 0,40 » 1,00                      | 0,050  | 0,060  |
|                        | » 1,00 » 2,50                      | 0,080  | 0,100  |
| Марганец               | От 0,05 до 0,10                    | 0,008  | 0,010  |
|                        | Св. 0,10 » 0,20                    | 0,013  | 0,016  |
|                        | » 0,20 » 0,40                      | 0,020  | 0,025  |
|                        | » 0,40 » 0,80                      | 0,030  | 0,040  |
|                        | » 0,80 » 1,60                      | 0,050  | 0,060  |
|                        | » 1,60 » 2,20                      |  |  |

Продолжение табл. 2

| Контролиру-<br>емый элемент | Диапазон значений массо-<br>вой доли, % | Допускаемое расхож-<br>дение трех парал-<br>лельных измерений<br>*<br>$d_{cx}$ , % | Допускаемое расхож-<br>дение результатов<br>первичного и повтор-<br>ного анализа, $d_{v}$ , %<br>** |
|-----------------------------|---|--|---|
| Хром                        | От 0,010 до 0,025                       | 0,005  | 0,006   |
|                             | Св. 0,025 » 0,05                        | 0,008  | 0,010   |
|                             | » 0,05 » 0,12                           | 0,010  | 0,013   |
|                             | » 0,12 » 0,25                           | 0,020  | 0,025   |
|                             | » 0,25 » 0,50                           | 0,030  | 0,040   |
|                             | » 0,50 » 1,00                           | 0,040  | 0,050   |
|                             | » 1,00 » 2,00                           | 0,050  | 0,060   |
|                             | » 2,00 » 4,00                           | 0,08   | 0,10  |
| Никель                      | От 0,010 до 0,020                       | 0,006  | 0,008   |
|                             | Св. 0,020 » 0,040                       | 0,008  | 0,010   |
|                             | » 0,040 » 0,080                         | 0,010  | 0,013   |
|                             | » 0,080 » 0,15                          | 0,015  | 0,020   |
|                             | » 0,15 » 0,25                           | 0,025  | 0,030   |
|                             | » 0,25 » 0,50                           | 0,040  | 0,050   |
|                             | » 0,50 » 1,00                           | 0,060  | 0,080   |
|                             | » 1,00 » 2,00                           | 0,080  | 0,10  |
| Медь                        | От 0,01 до 0,02                         | 0,007  | 0,009   |
|                             | Св. 0,02 » 0,04                         | 0,010  | 0,013   |
|                             | » 0,04 » 0,08                           | 0,015  | 0,020   |
|                             | » 0,08 » 0,20                           | 0,025  | 0,030   |
|                             | » 0,20 » 0,50                           | 0,040  | 0,050   |
|                             | » 0,50 » 1,00                           | 0,050  | 0,060   |
| Алюминий                    | От 0,005 до 0,010                       | 0,004  | 0,005   |
|                             | Св. 0,010 » 0,025                       | 0,007  | 0,009   |
|                             | » 0,025 » 0,050                         | 0,010  | 0,013   |
|                             | » 0,050 » 0,10                          | 0,015  | 0,020   |
|                             | » 0,10 » 0,20                           | 0,020  | 0,025   |
|                             | » 0,20 » 0,50                           | 0,030  | 0,040   |
|                             | » 0,50 » 1,00                           | 0,040  | 0,050   |
| Мышьяк                      | От 0,005 до 0,010                       | 0,003  | 0,004   |
|                             | Св. 0,010 » 0,020                       | 0,005  | 0,006   |
|                             | » 0,020 » 0,040                         | 0,007  | 0,009   |
|                             | » 0,040 » 0,10                          | 0,012  | 0,015   |
|                             | » 0,10 » 0,20                           | 0,020  | 0,025   |
| Молибден                    | От 0,01 до 0,02                         | 0,006  | 0,008   |
|                             | Св. 0,02 » 0,05                         | 0,009  | 0,011   |
|                             | » 0,05 » 0,10                           | 0,013  | 0,016   |
|                             | » 0,10 » 0,25                           | 0,020  | 0,025   |

| Контролируемый элемент | Диапазон значений массовой доли, % | Допускаемое расхождение трех параллельных измерений<br>$d_{\text{сх}}^*$ , % | Допускаемое расхождение результатов первичного и повторного анализа, $d_{\text{в}}^{**}$ , % |
|------------------------|------------------------------------|--|--|
| Молибден               | Св. 0,25 до 0,50                   | 0,030  | 0,040  |
|                        | » 0,50 » 1,00                      | 0,050  | 0,060  |
|                        | » 1,00 » 2,00                      | 0,060  | 0,080  |
|                        | » 2,00 » 4,00                      | 0,080  | 0,10   |
| Вольфрам               | От 0,02 до 0,05                    | 0,008  | 0,010  |
|                        | Св. 0,05 » 0,10                    | 0,013  | 0,016  |
|                        | » 0,10 » 0,25                      | 0,020  | 0,025  |
|                        | » 0,25 » 0,50                      | 0,040  | 0,050  |
|                        | » 0,50 » 1,00                      | 0,060  | 0,080  |
|                        | » 1,00 » 2,00                      | 0,10   | 0,13   |
|                        | » 2,00 » 4,00                      | 0,15   | 0,20   |
|                        |                                    |  |  |
| Ванадий                | От 0,01 до 0,02                    | 0,006  | 0,008  |
|                        | Св. 0,02 » 0,05                    | 0,008  | 0,010  |
|                        | » 0,05 » 0,10                      | 0,010  | 0,013  |
|                        | » 0,10 » 0,20                      | 0,020  | 0,025  |
|                        | » 0,20 » 0,50                      | 0,030  | 0,040  |
|                        | » 0,50 » 1,00                      | 0,040  | 0,050  |
|                        | » 1,00 » 2,00                      | 0,070  | 0,090  |
|                        |                                    |  |  |
| Титан                  | От 0,005 до 0,008                  | 0,003  | 0,004  |
|                        | Св. 0,008 » 0,015                  | 0,004  | 0,005  |
|                        | » 0,015 » 0,030                    | 0,006  | 0,008  |
|                        | » 0,030 » 0,050                    | 0,009  | 0,011  |
|                        | » 0,050 » 0,10                     | 0,015  | 0,020  |
|                        | » 0,10 » 0,20                      | 0,025  | 0,030  |
|                        | » 0,20 » 0,50                      | 0,040  | 0,050  |
|                        | » 0,50 » 1,00                      | 0,060  | 0,080  |
|                        |                                    |  |  |
| Ниобий                 | От 0,02 до 0,05                    | 0,012  | 0,015  |
|                        | Св. 0,05 » 0,10                    | 0,02   | 0,025  |
|                        | » 0,10 » 0,20                      | 0,03   | 0,04   |
|                        | » 0,20 » 0,50                      | 0,05   | 0,06   |
|                        | » 0,50 » 1,00                      | 0,09   | 0,11   |
|                        | » 1,00 » 1,50                      | 0,12   | 0,15   |
|                        |                                    |  |  |

## Продолжение табл. 2

| Контролируемый элемент | Диапазон значений массовой доли, % | Допускаемое расхождение трех параллельных измерений $d_{cx}^*, \%$ | Допускаемое расхождение результатов первичного и повторного анализа $d_b^{**}, \%$ |
|------------------------|------------------------------------|--|--|
| Бор                    | От 0,001 до 0,002                  | 0,0005   | 0,0006   |
|                        | Св. 0,002 » 0,005                  | 0,0007   | 0,0009   |
|                        | » 0,005 » 0,010                    | 0,0010   | 0,0013   |
|                        | » 0,010 » 0,025                    | 0,002  | 0,0025   |
|                        | » 0,025 » 0,050                    | 0,005  | 0,006  |
|                        | » 0,050 » 0,10                     | 0,010  | 0,013  |

\*  $d_{cx}$  — допускаемое для доверительной вероятности (0,95) расхождение параллельных измерений.

$$d_{cx} = 3,31 \sigma_{cx},$$

где  $\sigma_{cx}$  — генеральное среднее квадратическое отклонение, характеризующее сходимость измерений.

\*\*  $d_b$  — допускаемое для доверительной вероятности (0,95) расхождение между результатами первичного и повторного анализа.

$$d_b = 2,77 \sigma_b,$$

где  $\sigma_b$  — генеральное среднее квадратическое отклонение, характеризующее воспроизводимость результатов измерений.

В случае превышения допускаемых значений анализ повторяют.

### 5.3. Контроль стабильности результатов анализа

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

Допускается выполнять контроль только для верхней границы или середины диапазона измерений.

5.3.2. Стабильность градуировочных характеристик контролируют с помощью СО, аттестованных в соответствии с ГОСТ 8.315—78. Для контроля стабильности выполняют по два параллельных измерения аналитического сигнала для СО. Допускается увеличение числа параллельных измерений до четырех.

5.3.3. Если расхождение значений аналитического сигнала, выраженное в единицах массовой доли, не превышает  $0,8 d_{cx}$ ,  $d_{cx}$ ,  $1,1 d_{cx}$  (см. табл. 2) соответственно для двух, трех и четырех параллельных измерений, вычисляют среднее арифметическое значение аналитических сигналов  $N$  и разность  $\Delta N = N_1 - N$ , где  $N_1$  — среднее арифметическое значение аналитического сигнала для СО,

полученное способом, указанным в п. 3.4, в условиях, при которых выполнялась градуировка.

Допускается выражение  $N_1$ ,  $N$ ,  $\Delta N$  в единицах массовой доли с помощью установленных в соответствии с п. 3.5 градуировочных характеристик.

5.3.4. Если расхождение результатов параллельных измерений превышает допускаемое значение (см. п. 5.3.3) проводят повторные измерения аналитического сигнала для СО в соответствии с п. 5.3.2.

5.3.5. Если  $\Delta N$  превышает допускаемое значение  $0,5 d_b$  (табл. 2) измерения повторяют в соответствии с пп. 5.3.2, 5.3.3. Если при повторных измерениях  $\Delta N$  превышает допускаемое значение, осуществляют восстановление градуировочной характеристики регулировкой параметров установки или коррекцией результатов измерений введением поправок.

5.3.6. Внеочередной контроль стабильности осуществляют после ремонта или профилактики фотоэлектрической установки.

5.4. Контроль воспроизводимости результатов анализа

5.4.1. Контроль воспроизводимости результатов спектрального анализа выполняют повторным определением массовой доли контролируемых элементов в проанализируемых ранее пробах не реже одного раза в квартал.

5.4.2. Число повторных определений устанавливают в зависимости от общего числа определений и должно быть не менее 0,3%.

5.4.3. Вычисляют число расхождений результатов первичного и повторного анализа, превышающих допускаемое значение (см. табл. 2). Если расхождение результатов первичного и повторного анализа превышает допускаемое значение не более чем в 5% случаев, воспроизводимость измерений считают удовлетворительной.

5.5. Контроль правильности результатов анализа

5.5.1. Контроль правильности проводят выборочным сравнением результатов спектрального анализа проб с результатами химического анализа, выполняемого стандартизованными или аттестованными в соответствии с ГОСТ 8.010—78 методиками, не реже одного раза в квартал.

5.5.2. Число результатов спектрального анализа, контролируемых методами химического анализа, устанавливают в соответствии с п. 5.4.2.

5.5.3. Вычисляют число расхождений результатов спектрального и химического анализа, превышающих допускаемое значение (см. табл. 2).

Если расхождение результатов спектрального и химического анализа превышает допускаемое значение не более чем в 5% случаев, точность спектрального анализа считают согласованной с точностью химического анализа.

5.5.4. Допускается выполнять контроль правильности методом спектрального анализа на основе воспроизведения значений массовой доли элемента в СО предприятия.

**ПРИЛОЖЕНИЕ**  
*Рекомендуемое*

Таблица 1

| Контролируемые параметры                     | Воздушные фотоэлектрические установки   |                                  |  | Спектрометры ФЭС-1 и ФСПА-У, генераторы ГЭУ-1 и ИВС-28. Дуга переменного тока |
|--|---|----------------------------------|--|---|
|  | ДФС-10М<br>Генератор ГЭУ-1  | МФС-4 и МФС-6<br>Генератор АРКУС | ДФС-36<br>Генератор УГЭ-4  |   |
| Напряжение, В                                | 220   | 220                              | Режимы генератора:<br>дуга постоянного тока от<br>1,5 до 20 А;<br>дуга переменного тока раз-<br>личной скважности и поляр-<br>ности от 1,5 до 20 А;<br>низковольтная искра<br>250—300 В;<br>высоковольтная искра от<br>7500 до 15000 В;<br>импульсный разряд большой<br>мощности | 220   |
| Частота, Гц                                  | 50  | 50                               |  | 50  |
| Сила тока, А<br>Аналитический промежуток, мм | 1,5—5,0<br>1,5—2,0  | 1,5—5,0<br>1,5—2,0               | —<br>1,5—2,0   | 1,5—5,0<br>1,5—2,0  |
| Ширина выходных щелей, мм                    | 0,05 и 0,10   | 0,04; 0,075;<br>0,10             | 0,05 и 0,10  | 0,02—0,04   |
| Время обжига, с                              | 5—10  | 5—10                             | 5—10   | 5—10  |
| Время экспози-<br>ции, с                     | 20—30   | 20—30                            | 20—30  | 20—30   |
| Электроды                                    | Используют медные прутки диаметром 6 мм и угольные стержни марки С-3. Стержни затачивают на полусферу с радиусом кривизны 3—4 мм либо на усеченный конус под углом 45—90° с диаметром площадки 1,5—2,0 мм |                                  |  |   |

Приложение. Параметры выбираются в пределах указанных значений.

Таблица 2

| Контролируемые параметры              | Вакуумные фотоэлектрические установки   |                           |                        |  |               |  |
|---------------------------------------|---|---------------------------|------------------------|--|---------------|--|
|                                       | ДФС-41<br>Генератор<br>ИВС-2<br>Высоковольт-<br>ная искра   | АРЛ 31000                 |                        |  | Поливак Е 690 |  |
|                                       |   | Генератор Полисурс        |                        |  |               |  |
|                                       |   | Высоковольт-<br>ная искра | Низковольтная<br>искра | Генератор Минисурс<br>П. Низковольтная<br>дуга |               |  |
| Напряжение, В                         | 650   | 15000                     | 600—1000               | 500 и 800                                      | 500           |  |
| Емкость, мкФ                          | 8—24  | $7,5 \cdot 10^{-3}$       | 15                     | 10   | 10—20         |  |
| Индуктивность, мкГн                   | 10—500  | 0 и 3600                  | 50 и 360               | 20   | 60 и 560      |  |
| Частота, Гц                           | 50 и 150  | 100                       | 50                     | 50 и 100                                       | 50            |  |
| Сопротивление, Ом                     | 0,1—16,9  | —                         | 0,2 и 18,0             | 0 и 2,2  | 0,1 и 3,0     |  |
| Ширина выходных<br>щелей, мм          | 0,04; 0,075;<br>0,10  |                           | 0,038; 0,05;<br>0,075  |  |               |  |
| Время продувки ка-<br>меры аргоном, с |   |                           | 10—15                  |  |               |  |
| Аналитический проме-<br>жуток, мм     |   |                           | 5,0                    |  |               |  |
| Продувка камеры ар-<br>гоном, л/мин   |   |                           | 4—6                    |  |               |  |
| Время обжига, с                       | 7—20  | 10                        | 20                     | 20   | 20            |  |
| Время экспозиции, с                   | 7—20  | 10                        | 20                     | 10 и 20  | 10 и 20       |  |
| Электроды                             | Используют прутки серебряные, медные и вольфрамовые диаметром 5—6 мм и затачивают на конус 90° или вольфрамовую проволоку диаметром 1—2 мм и затачивают на плоскость. |                           |                        |  |               |  |

Примечание. Параметры выбираются в пределах указанных значений.