УДК 669.292.3:543.42:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ

Метод спектрального анализа

Vanadium base alloys and alloying elements. Method of spectral analysis

ГОСТ 26473.13—85

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1985 г. № 752 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на сплавы и лигатуры на основе ванадия и устанавливает спектральный метод (с индуктивно связанной плазмой в качестве источника возбуждения спектра) определения компонентов, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый компонент	Определяемая массовая доля, %	Определяемый компонент	Определяемая массовая доля, %
Алюминий	0,1—50	Молибден	5—30
Ванадий	20—90	Ниобий	5—30
Вольфрам	2—10	Титан	5—20
Железо	0,1—10	Хром	0,1—50
Марганец	0,1—10	Цирконий	1—20

Метод основан на зависимости интенсивности аналитической линии определяемого элемента от его концентрации в растворе, распыляемом в аргоновую индуктивно связанную плазму.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 26473.0—85.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрально-аналитическая установка типа IY-38P или аналогичная, состоящая из высокочастотного генератора (27,12 МГц) мощностью 1,5—2 кВт, плазменной горелки, монохроматора с дисперсией не хуже 0,4 нм/мм с фотоэлектрической регистрацией интенсивности излучения.

Аргон по ГОСТ 10157—79.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Стаканы стеклянные химические вместимостью 100 см³.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 500 см³.

Пипетки вместимостью 5, 10, 20 и 25 см³ без делений.

Пипетки вместимостью 5, 10 см³ с делениями.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 50 см³.

Чашка платиновая вместимостью 30 см³.

Чашка стеклоуглеродная вместимостью 30 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Смесь кислот для растворения: смешивают 20 см³ концентрированной азотной кислоты с 20 см³ ортофосфорной кислоты и разбавляют водой до 100 см³.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74, марки А-99.

Ванадий металлический, с массовой долей ванадия не менее 99,9%, в виде мелкой стружки.

Вольфрам металлический в виде порошка или мелкой стружки, содержащий не менее 99,9% вольфрама.

Железо восстановленное в виде порошка, содержащее не менее 99,9% железа.

Марганец металлический по ГОСТ 6008—82, марки Мр-00.

Молибден металлический в виде порошка или мелкой стружки, содержащий не менее 99,9% молибдена.

Ниобий металлический в виде порошка или мелкой стружки, содержащий не менее 99,9% ниобия.

Титан металлический в виде мелкой стружки, содержащий не менее 99,9% титана.

Хром металлический по ГОСТ 5905—79.

Цирконий металлический в виде стружки, содержащий не менее 99,9% циркония.

2.1. Приготовление стандартных растворов

Стандартный раствор алюминия (запасной), содержащий 1 мг/см³ алюминия

0,1 г металлического алюминия помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании. По растворении навески приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей и переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой.

Раствор алюминия (рабочий), содержащий 0,1 мг/см³ алюминия. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ запасного раствора, доводят до метки водой.

Стандартный раствор ванадия, содержащий 1 мг/см³ ванадия

0,1 г металлического ванадия помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании при 350—400°С в смеси 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1. По растворении навески продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

Стандартный раствор вольфрама (запасной), содержащий 1 мг/см³ вольфрама

0,1 г металлического вольфрама помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при умеренном нагревании в 20 см³ смеси кислот для растворения. По растворении навески полученный раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой.

Раствор вольфрама (рабочий), содержащий 0,1 мг/см³ вольфрама. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ запасного раствора, доводят до метки водой.

Стандартный раствор железа (запасной), содержащий 1 мг/см³ железа

0,1 г металлического железа помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании при 200°С в смеси 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 5 см³ воды. По растворении навески приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей и переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки.

Раствор железа (рабочий), содержащий 0,01 мг/см³ железа. В мерную колбу вместимостью 500 см³ отбирают пипеткой 5 см³ запасного раствора, доводят до метки водой.

Стандартный раствор марганца (запасной), содержащий 1 мг/см³ марганца

0,1 г металлического марганца помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при умеренном нагревании в 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. По растворении навески приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей и переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

Раствор марганца (рабочий), содержащий 0,01 мг/см³ марганца. В мерную колбу вместимостью 500 см³ отбирают пипеткой 5 см³ запасного раствора, доводят до метки водой.

Стандартный раствор молибдена (запасной), содержащий 1 мг/см³ молибдена

0,1 г металлического молибдена помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании при 350—400°С в 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. После растворения навески приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой.

Раствор молибдена (рабочий), содержащий 0,1 мг/см³ молибдена. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ запасного раствора, доводят до метки водой.

Стандартный раствор ниобия (запасной), содержащий 1 мг/см³ ниобия

0,1 г металлического ниобия помещают в стеклоуглеродную чашку, приливают 5 см³ концентрированной азотной кислоты, несколько капель фтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании, добавляя в ходе растворения несколько раз по каплям фтористоводородную кислоту. По растворении навески приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 10 см³ воды, 2 см³ перекиси водорода, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой.

Раствор ниобия (рабочий), содержащий 0,1 мг/см³ ниобия. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ запасного раствора, доводят до метки водой.

Стандартный раствор титана (запасной), содержащий 1 мг/см³ титана

0,1 г металлического титана помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1. По растворении навески приливают 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см³

воды, нагревают до растворения солей, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

Раствор титана (рабочий), содержащий 0,1 мг/см³ титана. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ запасного раствора, доводят до метки водой.

Стандартный раствор хрома (запасной), содержащий 1 мг/см³ хрома

0,1 г металлического хрома помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1. По растворении навески приливают 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

Раствор хрома (рабочий), содержащий 0,01 мг/см³ хрома. В мерную колбу вместимостью 500 см³ отбирают пипеткой 5 см³ запасного раствора, доводят до метки водой.

Стандартный раствор циркония (запасной), содержащий 1 мг/см³ циркония

0,1 г металлического циркония помещают в стеклоуглеродную чашку, приливают 5 см³ концентрированной азотной кислоты, несколько капель фтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании, добавляя в ходе растворения несколько раз по каплям фтористоводородную кислоту. По растворении навески приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 10 см³ воды, 2 см³ перекиси водорода, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой.

Раствор циркония (рабочий), содержащий 0,1 мг/см³ циркония. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ запасного раствора, доводят до метки водой.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Приготовление рабочих растворов сравнения

3.1.1. Приготовление рабочих растворов сравнения для анализа лигатур или сплавов на основе ванадия с массовой долей алюминия (от 2 до 50%); ванадия (от 20 до 90%); железа (от 0,1 до 10%); марганца (от 1 до 10%); молибдена (от 5 до 30%); титана (от 5 до 20%); хрома (от 0,1 до 50%).

Серия 1, раствор № 1. В мерную колбу вместимостью 500 см³ последовательно вводят 25 см³ стандартного запасного раствора

алюминия, 10 см³ стандартного раствора ванадия, 5 см³ стандартного рабочего раствора железа, 5 см³ стандартного рабочего раствора марганца, 25 см³ стандартного рабочего раствора молибдена, 25 см³ стандартного рабочего раствора титана, 25 см³ стандартного запасного раствора хрома. Состав раствора № 1 приведен в табл. 2.

Серия 1, раствор № 2. В мерную колбу вместимостью 500 см³ последовательно вводят 10 см³ стандартного рабочего раствора алюминия, 50 см³ стандартного раствора ванадия, 5 см³ стандартного запасного раствора железа, 5 см³ стандартного запасного раствора марганца, 15 см³ стандартного запасного раствора молибдена, 10 см³ стандартного запасного раствора титана, 5 см³ стандартного рабочего раствора хрома. Состав раствора № 2 приведен в табл. 2.

Таблица 2

Определяемый элемент	Массовая концентрация определяемого элемента, мкг/см³	
	раствор № 1	раствор № 2
Алюминий	50	2
Ванадий	20	100
Железо	0,1	10
Марганец	1	10
Молибден	5	30
Титан	5	20
Хром	50	0,1

3.1.2. Приготовление рабочих растворов сравнения для анализа сплавов ванадий—вольфрам с массовой долей алюминия (от 0,1 до 1%); ванадия (от 70 до 90%); вольфрама (от 2 до 10%); железа (от 0,1 до 1%); марганца (от 0,1 до 1%); хрома (от 0,1 до 1%).

Серия 2, раствор № 1. В мерную колбу вместимостью 500 см³ последовательно вводят 5 см³ стандартного рабочего раствора алюминия, 25 см³ стандартного раствора ванадия, 5 см³ стандартного запасного раствора вольфрама, 5 см³ стандартного запасного раствора железа (раствор Б), 0,5 см³ стандартного запасного раствора марганца, 5 см³ стандартного запасного раствора хрома (раствор Б). Состав раствора № 2 приведен в табл. 3.

3.1.3. Приготовление рабочих растворов сравнения для анализа лигатур на основе ванадия с массовой долей алюминия (от 10 до 25%); ванадия (от 50 до 90%); железа (от 0,1 до 1%); марганца (от 0,1 до 1%); ниобия (от 5 до 30%); циркония (от 1 до 20%); хрома (от 0,1 до 1%).

Серия 3, раствор № 1. В мерную колбу вместимостью 500 см³ последовательно вводят 5 см³ стандартного запасного раствора

Таблица 3

Определяемый элемент	Массовая концентрация определяемого элемента, мкг/см³	
	раствор № 1	раствор № 2
Алюминий	1	0,1
Ванадий	50	100
Вольфрам	10	2
Железо	0,1	1
Марганец	0,1	1
Хром	0,1	1

алюминия, 50 см³ стандартного раствора ванадия, 5 см³ стандартного рабочего раствора железа, 0,5 см³ стандартного рабочего раствора марганца, 15 см³ стандартного запасного раствора ниобия, 5 см³ стандартного рабочего раствора циркония, 5 см³ стандартного рабочего раствора хрома. Состав раствора № 1 приведен в табл. 4.

Серия 3, раствор № 2. В мерную колбу вместимостью 500 см³ последовательно вводят 15 см³ стандартного запасного раствора алюминия, 25 см³ стандартного раствора ванадия, 0,5 см³ стандартного запасного раствора железа, 5 см³ стандартного рабочего раствора марганца, 25 см³ стандартного рабочего раствора ниобия, 10 см³ стандартного запасного раствора циркония, 0,5 см³ стандартного запасного раствора хрома. Состав раствора № 2 приведен в табл. 4.

Таблица 4

Определяемый элемент	Массовая концентрация определяемого элемента, мкг/см³	
	раствор № 1	раствор № 2
Алюминий	10	30
Ванадий	100	50
Железо	0,1	1
Марганец	0,1	1
Ниобий	30	5
Цирконий	1	20
Хром	0,1	1

3.2. Подготовка проб к анализу

3.2.1. Анализ лигатур или сплавов на основе ванадия с массовой долей алюминия (от 2 до 50%); железа (от 0,1 до 10%),

марганца (от 1 до 10%), молибдена (от 5 до 30%), титана (от 5 до 20%), хрома (от 0,1 до 50%).

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в смеси 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, с 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. По растворении навески продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой. Полученный раствор разбавляют еще раз: отбирают 5 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки водой.

3.2.2. Анализ сплавов ванадий—вольфрам

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 20 см³ смеси кислот для растворения. По растворении навески полученный раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой. Полученный раствор разбавляют еще раз: отбирают 5 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки водой.

3.2.3. Анализ лигатур или сплавов на основе ванадия с массовой долей алюминия (от 10 до 25%), железа (от 0,1 до 1%), марганца (от 0,1 до 1%), ниобия (от 5 до 30%), циркония (от 1 до 20%), хрома (от 0,1 до 1%).

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в платиновую или стеклоуглеродную чашку, приливают 5 см³ концентрированной азотной кислоты, несколько капель фтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании, добавляя в ходе растворения несколько раз по каплям фтористоводородную кислоту. По растворении навески приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 10 см³ воды, 2 см³ перекиси водорода, нагревают до растворения солей, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой. Полученный раствор разбавляют еще раз: отбирают 5 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки водой.

3.3. Проведение определения

Установку IY-38P подготавливают к работе. Устанавливают рабочий режим плазменного источника возбуждения спектров*: расход охлаждающего потока аргона — 12 л/мин; расход распыляющего потока аргона — 0,35 л/мин; давление на входе в распылительную камеру 350 кПа; мощность, подводимая к плазме —

* При работе на приборе другой аналогичной конструкции параметры рабочего режима могут изменяться.

1000 Вт; высота наблюдения эмиссии — 4 мм; скорость вращения перистальтического насоса должна обеспечить расход анализируемого раствора в интервале 1–3 $см^3$/мин.

Измерение можно проводить через 30 мин после включения плазмы.

На выходную щель монохроматора выводятся последовательно аналитические линии определяемых элементов (табл. 5). Положение аналитической линии относительно выходной щели контролируется или автоматически с помощью управляющей ЭВМ, или по показаниям милливольтметра. При работе в автоматическом режиме напряжение на фотоэлектронном умножителе (ФЭУ) соответствует положениям аттенюатора, указанным в табл. 5. При ручном режиме регистрации напряжение на ФЭУ устанавливают при распылении в плазму дистиллированной воды и раствора сравнения с минимальным содержанием определяемого элемента таким образом, чтобы аналитический сигнал фона при распылении воды стремился к нулю, а аналитический сигнал раствора сравнения превышал фон не менее чем на 10 единиц показаний цифрового вольтметра. Время интегрирования аналитического сигнала в ручном режиме работы составляет 10 с, а для автоматического — указано в табл. 5.

Таблица 5

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Напряжение на ФЭУ (условные единицы)	Время интегрирования, мкс
Молибден	202,032	75	100
Хром	205,559	75	500
Железо	238,207	75	200
Марганец	257,610	75	50
Вольфрам	276,427	75	200
Ванадий	292,402	65	200
Ниобий	313,078	75	200
Цирконий	316,597	75	200
Титан	334,941	70	200
Алюминий	396,152	65	400

В оптимально подобранных условиях измерения с помощью перистальтического насоса и распылителя вводят в плазму ВЧ-разряда последовательно соответствующие растворы сравнения и раствор анализируемой пробы.

В ручном режиме работы по результатам измерения растворов сравнения строят градуировочные графики в координатах: значение аналитического сигнала — массовая концентрация элемента в растворе, мкг/$см^3$. Измеряют аналитические сигналы в растворах проб и по градуировочным графикам определяют

массовую концентрацию элемента в растворе. В автоматическом режиме вывод аналитических линий на выходную щель монохроматора, построение графиков и расчет концентраций осуществляется автоматически.

При определении массовой доли железа, марганца, хрома, алюминия в интервале содержаний от 0,1 до 1% одновременно проводят контрольный опыт на определение содержания этих компонентов в реактивах, найденное значение аналитического сигнала вычитают из значения аналитического сигнала определяемого компонента в анализируемом растворе. По вычисленному значению аналитического сигнала по градуировочному графику находят массовую концентрацию определяемого элемента в анализируемом растворе.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовая доля алюминия, ванадия, вольфрама, железа, марганца, молибдена, ниобия, титана, хрома и циркония (X) в процентах численно равна массовой концентрации определяемого элемента, выраженной в мкг/см^3.

4.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 6.

Таблица 6

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение	Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение
Алюминий	0,1	0,02	Марганец	5,0	0,28
	1,0	0,1		10,0	0,56
	2,0	0,12	Молибден	5,0	0,34
	10,0	0,45		30,0	1,2
	50,0	1,5	Ниобий	5,0	0,34
Ванадий	20,0	1,4		30,0	1,0
	90,0	2,6	Титан	5,0	0,3
Вольфрам	2,0	0,12		20,0	0,6
	10,0	0,45	Хром	0,1	0,02
Железо	0,1	0,02		1,0	0,1
	1,0	0,1		10,0	0,28
	5,0	0,14		50,0	1,4
	10,0	0,28	Цирконий	1,0	0,1
Марганец	0,1	0,02		20,0	1,1
	1,0	0,1			

Изменение № 1 ГОСТ 26473.13—85 Сплавы и лигатуры на основе ванадия. Метод спектрального анализа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.05.91 № 678

Дата введения 01.01.92

Вводная часть. Таблица 1. Графа «Определяемая массовая доля, %». Заменить значения: 2—10 на 1—10; 5—30 на 1—30; 5—20 на 5—25; 1—20 на 1—25.

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрально-аналитический комплекс, состоящий из высокочастотного генератора (27, 12 МГц), плазменной горелки с распылительной системой, полихроматора и монохроматора с обратной линейной дисперсией не хуже 0,5 нм/мм с фотоэлектрической регистрацией интенсивности излучения, управляющей ЭВМ»;

исключить слова: «Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80»; «Смесь кислот для растворения: смешивают 20 см³ концентрированной азотной кислоты с 20 см³ ортофосфорной кислоты и разбавляют водой до 100 см³».

Пункт 2.1. Седьмой абзац изложить в новой редакции: «0,1 г металлического вольфрама помещают в стеклоуглеродную чашку, приливают 2 см³ фтористоводородной кислоты, по каплям азотную кислоту и осторожно нагревают до полного растворения навески. Приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, продолжают нагревание до выделения паров серного ангидрида, охлаждают, обмы-

(Продолжение см. с. 44)

вают стенки чашки водой, приливают 2 см³ перекиси водорода, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доводят водой до метки».

Пункт 3.1 дополнить обозначением: (РС).

Пункт 3.1.1. Первый абзац. Заменить значения: (от 2 до 50 %) на (от 1 до 50 %); (от 1 до 10 %) на (от 0,1 до 10 %), (от 5 до 20 %) на (от 5 до 25 %);

второй, третий абзацы изложить в новой редакции:

«Серия 1, раствор № 1 (РС 1—1). В мерную колбу вместимостью 100 см³ последовательно вводят 1 см³ стандартного рабочего раствора алюминия, 2 см³ стандартного раствора ванадия, 10 см³ стандартного рабочего раствора железа, 10 см³ стандартного рабочего раствора марганца, 5 см³ стандартного рабочего раствора молибдена, 5 см³ стандартного рабочего раствора титана, 10 см³ стандартного рабочего раствора хрома, доводят до метки водой.

Состав раствора РС 1—1 приведен в табл. 2.

Серия 1, раствор № 2 (РС 1—2). В мерную колбу вместимостью 100 см³ последовательно вводят 5 см³ стандартного запасного раствора алюминия, 10 см³ стандартного раствора ванадия, 1 см³ стандартного запасного раствора железа, 1 см³ стандартного запасного раствора марганца, 3 см³ стандартного запасного раствора молибдена, 2,5 см³ стандартного запасного раствора титана, 5 см³ стандартного запасного раствора хрома, доводят до метки водой. Состав раствора РС 1—2 приведен в табл. 2»;

Дополнить абзацами: «Серия 1, раствор № 3 (РС 1—3). В мерную колбу вместимостью 100 см³ последовательно вводят:

1 см³ стандартного рабочего раствора алюминия,

(Продолжение см. с. 45)

10 см³ стандартного рабочего раствора железа,
10 см³ стандартного рабочего раствора марганца,
10 см³ стандартного рабочего раствора хрома,
доводят до метки водой. Состав раствора РС 1—3 приведен в табл. 2.

Серия 1, раствор № 4 (РС 1—4). В мерную колбу вместимостью 100 см³ последовательно вводят 1 см³ стандартного запасного раствора алюминия, 1 см³ стандартного запасного раствора железа, 1 см³ стандартного запасного раствора марганца, 1 см³ стандартного запасного раствора хрома, доводят до метки водой. Состав раствора РС 1—4 приведен в табл. 2»;

таблицу 2 изложить в новой редакции:

Таблица 2

Определяемый элемент	Массовая концентрация определяемого элемента, мкг/см³			
	РС 1–1	РС 1–2	РС 1–3	РС 1–4
Алюминий	1	50	1	10
Ванадий	20	100	—	—
Железо	1	10	1	10
Марганец	1	10	1	10
Молибден	5	30	—	—
Титан	5	25	—	—
Хром	1	50	1	10

Пункт 3.1.2. Первый абзац. Заменить значения: (от 2 до 10 %) на (от 1 до 10 %);

второй абзац изложить в новой редакции: «Серия 2, раствор 1 (РС 2—1). В мерную колбу вместимостью 100 см³ последовательно вводят 5 см³ стандартного раствора ванадия, 1 см³ стандартного рабочего раствора вольфрама, доводят до метки водой. Состав раствора РС 2—1 приведен в табл. 3»;

дополнить абзацем: «Серия 2, раствор № 2 (РС 2—2). В мерную колбу вместимостью 100 см³ последовательно вводят 10 см³ стандартного раствора ванадия, 10 см³ стандартного рабочего раствора вольфрама, доводят до метки водой. Состав раствора РС 2—2 приведен в табл. 3».

Пункт 3.1.3. Первый абзац. Заменить значения: (от 10 до 25 %) на (от 10 до 30 %), (от 5 до 30 %) на (от 1 до 30 %);

второй, третий абзацы изложить в новой редакции:

«Серия 3, раствор № 1 (РС 3—1). В мерную колбу вместимостью 100 см³ последовательно вводят 1 см³ стандартного запасного раствора алюминия, 5 см³ стандартного раствора ванадия, 1 см³ стандартного рабочего раствора ниобия, 1 см³ стандартного рабочего раствора циркония, доводят до метки водой.

Состав раствора РС 3—1 приведен в табл. 3.

Таблица 3

Определяемый элемент	Массовая концентрация определяемого элемента, мкг/см³	
	РС 2—1	РС 2—2
Ванадий	50	100
Вольфрам	1	10

(Продолжение см. с. 46)

Серия 3, раствор № 2 (РС 3—2). В мерную колбу вместимостью 100 см³ последовательно вводят 3 см³ стандартного запасного раствора алюминия, 10 см³ стандартного раствора ванадия, 3 см³ стандартного запасного раствора ниобия, 2 см³ стандартного запасного раствора циркония, доводят до метки водой. Состав раствора РС 3—2 приведен в табл. 4.

Таблица 4

Определяемый элемент	Массовая концентрация определяемого элемента, мкг/см³	
	РС 3—1	РС 3—2
Алюминий	10	30
Ванадий	50	100
Ниобий	1	30
Цирконий	1	20

Пункт 3.2.1. Первый абзац. Заменить значения: (от 2 до 50 %) на (от 1 до 50 %); (от 1 до 10 %) на (от 0,1 до 10 %); (от 5 до 20 %) на (от 5 до 25 %);

второй абзац. Исключить слова: «Полученный раствор разбавляют еще раз: отбирают 5 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки водой».

Пункт 3.2.2 исключить.

Пункт 3.2.3. Первый абзац изложить в новой редакции: «Анализ сплавов ванадий-вольфрам и анализ лигатур или сплавов на основе ванадия с массовой долей алюминия (от 10 до 30 %), железа (от 0,1 до 1 %), марганца (от 0,1 до 1 %), ниобия (от 1 до 30 %), циркония (от 1 до 20 %), хрома (от 0,1 до 1 %)»;

второй абзац. Исключить слова: «Полученный раствор разбавляют еще раз: отбирают 5 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки водой».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.2.4:

«3.2.4. Растворы, полученные по пп. 3.2.1 или 3.2.2, используют для определения примеси алюминия, железа, марганца и хрома при содержании от 0,1 до 1 %; для определения компонентов с массовой долей более 1 % полученный раствор разбавляют: отбирают 5 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят до метки водой.

Одновременно с анализом серии проб через все стадии анализа проводят контрольный опыт. Раствор контрольного опыта используют как фоновый раствор».

Пункт 3.3 изложить в новой редакции; дополнить пунктами 3.3.1—3.3.8:

«3.3. Проведение определения

3.3.1. Спектрально-аналитический комплекс подготавливают к работе согласно «Рабочей инструкции по эксплуатации спектрально-аналитического комплекса» (РИ). Все нижеперечисленные действия выполняют в соответствии с РИ.

3.3.2. Включают плазму и устанавливают ее параметры:

мощность, подводимая к плазме —1,0—1,2 кВт;

расход плазмообразующего аргона —0,2—0,8 дм³/мин;

расход охлаждающего аргона —12—20 дм³/мин;

расход распыляющего аргона —0,2 — 0,6 дм³/мин;

скорость подачи раствора в плазму —1,8—3,0 см³/мин.

3.3.3. Выполняют операцию профилирования на полихроматоре и монохроматоре.

3.3.4. Режим работы спектрометра:

время интегрирования — 10 с;

способ измерения аналитического сигнала:

(Продолжение см. с. 47)

полихроматор — интегрирование на пике;

монохроматор — интегрирование интенсивности в максимуме пика после предварительного поиска его при сканировании в окрестности аналитической линии.

Длины волн аналитических спектральных линий приведены в табл. 5. Допускается применение других способов измерения в соответствии с РИ.

Таблица 5

Определяемый элемент	Длина волны, нм	Определяемый элемент	Длина волны, нм
Алюминий	396,15	Ниобий	269,70
Ванадий	292,40	Титан	337,28
Вольфрам	239,71	Железо	238,21
Молибден	202,03	Марганец	257,61
Цирконий	339,19	Хром	205,57

Допускается использование других длин волн, свободных от спектральных помех, обусловленных составом анализируемой лигатуры (сплава).

3.3.5. Переключатели напряжения на ФЭУ, соответствующие аналитическим линиям определяемых элементов на поли- и монохроматоре, устанавливают в позицию, обеспечивающую превышение значения аналитического сигнала над фоном для РС 1—1, РС 1—3, РС 2—1 или РС 3—1 не менее 20, для РС 1—2, РС 1—4, РС 2—2 или РС 3—2 — не менее 50 относительных единиц и значение относительного стандартного отклонения (S_r) трех параллельных измерений не более 3 %.

3.3.6. Последовательно вводят в плазму соответствующие растворы сравнения, выбранные с учетом состава анализируемых лигатур (сплавов). С помощью специальной программы методом наименьших квадратов получают числовые коэффициенты полинома, аппроксимирующего градуировочные характеристики для каждого из определяемых элементов.

Градуировочные характеристики получают в координатах (I—C), где I — интенсивность аналитических линий определяемого элемента за вычетом интенсивности излучения спектра для раствора контрольного опыта на длине волны аналитической линии определяемого элемента; C — концентрация определяемого элемента в растворе сравнения, мкг/см^3.

3.3.7. Растворы анализируемых проб последовательно вводят в плазму и измеряют интенсивности аналитических линий определяемых элементов и фона. В соответствии с программой для каждого раствора выполняется по 3 измерениям и вычисляется среднее значение, которое является результатом одного параллельного определения. После введения и измерения 4—5 растворов проб, повторяют измерения растворов сравнения. Полученные значения не должны отличаться более чем на 1 % от первоначальных (п. 3.3.6). В противном случае распыляют в плазму снова соответствующие растворы сравнения и получают с помощью специальной программы числовые коэффициенты, учитывающие дрейф градуировочных характеристик для каждого определяемого элемента, после этого продолжают выполнение анализа.

3.3.8. С помощью специальной программы на экране дисплея или в виде распечатки получают: символы определяемых элементов, значения аналитических сигналов и соответствующие им концентрации определяемых элементов в пробах».

Раздел 4 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 48)

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю определяемой примеси (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot V}{m \cdot 10^4},$$

где C — массовая концентрация определяемой примеси в анализируемом растворе, мкг/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Массовую долю определяемого компонента (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C \cdot V}{m \cdot 10^3},$$

где C — массовая концентрация определяемого компонента в анализируемом растворе, мкг/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

4.3. Значения допускаемых расхождений приведены в табл. 6.

Таблица 6

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение, %	Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение, %
Алюминий	0,10	0,02	Ванадий	20,0	0,6
	1,0	0,1		50,0	1,5
	5,0	0,3		90,0	2,8
	10,0	0,6	Вольфрам	1,0	0,1
	20,0	1,2		5,0	0,3
	50,0	2,8		10,0	0,6
Железо	0,10	0,02	Молибден	5,0	0,2
	1,0	0,1		10,0	0,4
	5,0	0,2		30,0	1,2
	10,0	0,4	Цирконий	1,00	0,1
Марганец	0,10	0,02		5,0	0,3
	1,0	0,1		10,0	0,6
	5,0	0,2		25,0	1,4
	10,0	0,4	Ниобий	1,00	0,1
Хром	0,10	0,02		5,0	0,3
	1,0	0,1		10,0	0,6
	5,0	0,2		30,0	1,8
	10,0	0,4	Титан	5,0	0,2
	20,0	0,8		10,0	0,4
	50,0	2,0		25,0	1,0

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 8 1991 г.)