УДК 669.292.3:543.422:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ

Метод атомно-абсорбционного анализа

Vanadium base alloys and alloying elements. Method of atomic-absorption analysis

ГОСТ 26473.12—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 атомно-абсорбционный метод определения компонентов, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый компонент	Определяемая массовая доля, %
Алюминий	20—50
Ванадий	30—60
Железо	0,4—2
Кремний	0,1—1
Марганец	0,5—2,5
Молибден	10—20
Титан	5—15

Метод основан на измерении атомного поглощения резонансных линий определяемых элементов при введении анализируемого раствора в воздушно-ацетиленовое пламя или пламя смеси ацетилена с закисью азота.

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

Спектрофотометр атомно-абсорбционный Перкин-Элмер модели 303 или атомно-абсорбционный спектрофотометр аналогичного типа, позволяющий проводить атомизацию в пламени.

Ацетилен по ГОСТ 5457—75.

Закись азота.

Лампы полого катода на алюминий, ванадий, кремний, железо, марганец, молибден, титан.

Горелки со щелью длиной 50 или 100 мм.

Весы аналитические.

Весы технические.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 800°С.

Плитка электрическая.

Стаканы стеклянные вместимостью 100 см³.

Стаканы кварцевые вместимостью 100 см³.

Колбы мерные вместимостью 100 см³, 1 дм³.

Чашки платиновые.

Чашки серебряные.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 100 см³.

Пипетки вместимостью 5 см³ с делениями.

Пипетки вместимостью 5 и 20 см³ без делений.

Воронки стеклянные конические.

Фильтры бумажные беззольные «белая лента».

Пипетки полиэтиленовые.

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

Кислота азотная по ГОСТ 11125—84, разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

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

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, раствор концентрацией 100 г/дм³.

Железо металлическое восстановленное.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Молибден металлический с содержанием основного вещества не менее 99,9 %.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74.

Марганца (IV) окись по ГОСТ 4470—79.

Титан губчатый по ГОСТ 17746—79.

Ванадий металлический с содержанием основного вещества не менее 99,9%.

2.1. Приготовление стандартных растворов

Стандартный раствор железа (запасной), содержащий 1 мг/см³ железа: 1 г металлического железа помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 50 см³ азотной кислоты, раст-

воряют при слабом нагревании. Раствор охлаждают до комнатной температуры и переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки. Раствор железа (рабочий), содержащий 0,1 мг/см³ железа, готовят разбавлением стандартного запасного раствора водой в 10 раз.

Стандартный раствор кремния, содержащий около 1 мг/см³ кремния: 2,1309 г двуокиси кремния помещают в серебряную чашку, добавляют 6—8 г гидроокиси калия, приливают 30 см³ воды, перемешивают и нагревают до полного растворения. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой.

Точную массовую концентрацию кремния устанавливают гравиметрическим методом. Для этого в платиновую чашку отбирают пипеткой 20 см³ стандартного раствора кремния, приливают 2—3 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, содержимое чашки упаривают до 2—3 см³, охлаждают до комнатной температуры и осторожно, по каплям, приливают еще 5—6 см³ концентрированной серной кислоты. Затем раствор нагревают до выделения густых паров серного ангидрида; охлаждают до комнатной температуры, приливают 2—3 см³ воды, снова упаривают до густых паров серного ангидрида, охлаждают до комнатной температуры и приливают 100 см³ воды. Нагревают раствор до 70—80°С, осадок отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают несколько раз горячей водой до удаления из осадка сульфатионов (реакция последней капли фильтрата с раствором хлористого бария). Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, подсушивают, озоляют и прокаливают в муфельной печи при 700—800°С в течение 1—1,5 ч. Тигель с осадком охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе, взвешивают. К осадку в тигле добавляют из полиэтиленовой пипетки 5 см³ фтористоводородной кислоты, несколько капель концентрированной серной кислоты и нагревают до прекращения выделения паров серной кислоты. Тигель с осадком вновь прокаливают в муфельной печи в течение 10—15 мин, охлаждают и взвешивают.

Массовую концентрацию (C) стандартного раствора кремния, выраженную в мг/см³, вычисляют по формуле

$$C = \frac{(m - m_1) \cdot 0{,}4674}{V},$$

где m — масса осадка до обработки фтористоводородной кислотой, мг;

m_1 — масса осадка после обработки фтористоводородной кислотой, мг;

0,4674 — коэффициент пересчета двуокиси кремния на кремний;

V — объем стандартного раствора, взятый для определения, см³.

Стандартный раствор марганца (запасной), содержащий 1 мг/см³ марганца: 1,583 г двуокиси марганца помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ соляной кислоты, нагревают до полного растворения, полученный раствор выпаривают досуха, остаток растворяют в воде, переводят в колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой.

Точную массовую концентрацию марганца устанавливают титриметрическим методом в соответствии с требованиями ГОСТ 26473.5—85. Для этого в коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают пипеткой 20 см³ стандартного раствора марганца, разбавляют водой до 100 см³, добавляют 7 см³ раствора ортофосфорной кислоты и далее определяют марганец по разд. 3.

Массовую концентрацию (C) стандартного раствора марганца, выраженную в мг/см³, вычисляют по формуле:

$$C = \frac{0{,}001099 \cdot V_1}{V},$$

где V_1 — объем раствора щавелевой кислоты, израсходованный на титрование, см³;

0,001099 — массовая концентрация раствора щавелевой кислоты, выраженная в г/см³ марганца;

V — объем стандартного раствора марганца, взятый для определения марганца, см³.

Раствор марганца (рабочий), содержащий 0,1 мг/см³ марганца, готовят разбавлением стандартного запасного раствора водой в 10 раз.

Стандартный раствор алюминия, содержащий 10 мг/см³ алюминия: 1 г металлического алюминия помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают порциями 20 см³ соляной кислоты и нагревают до полного растворения, раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой.

Стандартный раствор ванадия, содержащий 10 мг/см³ ванадия: 1 г металлического ванадия помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ серной кислоты и порциями по 5—10 см³ азотной кислоты, растворяют при нагревании, упаривают до выделения паров серного ангидрида, охлаждают до комнатной температуры, добавляют по стенкам колбы 20 см³ воды, осторожно перемешивают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

Стандартный раствор титана, содержащий 10 мг/см³ титана: 1 г губчатого титана помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 15 см³ серной кислоты и несколько капель фтористоводородной кислоты, растворяют при нагревании, раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой.

Стандартный раствор молибдена, содержащий 10 мг/см³ молибдена: 1 г металлического молибдена помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ серной кислоты и 10 см³ азотной кислоты, нагревают до полного растворения. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление растворов сравнения

3.1.1. Рабочие растворы сравнения при определении кремния, железа и марганца готовят разбавлением соответствующих стандартных растворов.

Рабочие растворы сравнения для определения кремния готовят следующим образом: в мерные колбы вместимостью 100 см³ вводят по 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 5,0 см³ стандартного раствора кремния, что составляет 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 и 5,0 мг кремния и соответствует массовой доле кремния в пробе 0,1; 0,2; 0,4; 0,6 и 1%.

Рабочие растворы сравнения для определения железа готовят следующим образом: в мерные колбы вместимостью 100 см³ вводят по 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 и 6,5 см³ стандартного рабочего раствора железа, что составляет 0,1; 0,2; 0,3, 0,5 и 0,65 мг железа и соответствует массовой доле железа в пробе 0,4; 0,8; 1,2; 2 и 2,6%.

Рабочие растворы сравнения для определения марганца готовят следующим образом: в мерные колбы вместимостью 100 см³ вводят по 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 и 6,5 см³ стандартного рабочего раствора марганца, что составляет 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,5 и 0,65 мг марганца и соответствует массовой доле марганца в пробе 0,2; 0,4; 0,8; 1,2; 2,0 и 2,6%.

3.1.2. Для определения алюминия, ванадия, молибдена, титана в лигатурах состава ванадий—алюминий—марганец—титан и ванадий—алюминий—молибден—титан готовят последовательно две серии растворов сравнения.

Серия 1, растворы № 1—3. В три мерные колбы вместимостью 100 см³ последовательно вводят 22,5; 25 и 30 см³ стандартного раствора ванадия; 26,5; 13,5 и 9,0 см³ стандартного раствора алюминия, 1,0; 2,5 и 5,0 см³ стандартного раствора титана. Получают растворы, содержащие 225; 250 и 300 мг ванадия, 265; 135 и 90 мг алюминия, 10; 25 и 50 мг титана.

Серия 1, растворы № 4—6 (рабочие растворы сравнения). Каждый из полученных растворов № 1—3 разбавляют еще раз следующим образом: 5 см³ раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки, получают растворы, содержащие в объеме 100 см³ 11,25; 12,5 и 15,0 мг ванадия. 13,25; 6,75 и 4,5 мг алюминия, 0,5; 1,25 и 2,5 мг титана, что соответ-

ствует следующим массовым долям элементов в пробе: 45; 50 и 60% ванадия, 53; 45 и 30% алюминия, 2; 5 и 10% титана.

Серия 2, растворы № 1—3. В три мерные колбы вместимостью 100 см³ последовательно вводят: 15; 20 и 22,5 см³ стандартного раствора ванадия; 5; 7,5 и 10 см³ стандартного раствора молибдена, 2,5; 5 и 7,5 см³ стандартного раствора титана, 22,5; 16,5 и 10 см³ стандартного раствора алюминия; получают растворы сравнения, содержащие 150; 200 и 225 мг ванадия, 50; 75 и 100 мг молибдена, 25; 50 и 75 мг титана и 225; 165 и 100 мг алюминия.

Серия 2, растворы № 4—6 (рабочие растворы сравнения). Каждый из полученных растворов № 1—3 разбавляют еще раз следующим образом: 5 см³ раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки, получают растворы, содержащие 7,5; 10 и 11,5 мг ванадия, 2,5; 3,75 и 5 мг молибдена, 1,25; 2,5 и 3,75 мг титана и 11,25; 8,25 и 5 мг алюминия, что соответствует следующим массовым долям элементов в пробе: 30; 40 и 45% ванадия, 10; 15 и 20% молибдена, 5, 10 и 15% титана и 55; 35 и 20% алюминия.

3.2. Подготовка пробы

Навеску анализируемой пробы массой 0,5 г помещают в кварцевый стакан вместимостью 100 см³ (при лигатуре алюминий—ванадий—марганец—титан) или в стакан из стеклоуглерода (при лигатуре алюминий—ванадий—молибден—титан) приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагревают до полного растворения пробы. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доводят до метки водой. Полученный раствор используют для определения кремния.

Для определения алюминия, ванадия, железа, марганца, молибдена и титана полученный раствор разбавляют водой в 20 раз (аликвотную часть — 5 см³ переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой).

3.3. Проведение анализа

Прибор приготавливают к работе. Условия атомно-абсорбционных измерений приведены в табл. 2. Для проведения атомно-абсорбционного определения после включения прибора в сеть подбирают такое положение лампы полого катода (в зависимости от определяемого элемента), чтобы при токе, указанном в паспорте на лампу, показание микроамперметра было максимальным. После прогрева лампы в течение 15—20 мин зажигают соответствующее пламя и при распылении в него рабочего раствора сравнения с максимальной концентрацией определяемого элемента выбирают положение горелки и скорость распыления, обеспечивающие максимальное атомное поглощение аналитической линии определяемого элемента.

Таблица 2

Режим работы атомно-абсорбционного спектрофотометра

Элемент	Аналитическая линия, нм	Горелка	Ширина щели, мм	Расход газов, дм³/мин
Ванадий	318,4	Однощелевая, длина щели 50 мм	2	Закись азота — 12,5 ацетилен — 5,5
Алюминий	309,3	То же	2	То же
Титан	364,3	»	2	»
Молибден	313,3	»	2	»
Кремний	251,6	»	2	»
Железо	248,3	Однощелевая, длина щели 100 мм	2	Воздух — 24 ацетилен — 4,7
Марганец	279,4	То же	2	То же

В оптимально подобранных условиях измерения распыляют в пламя горелки последовательно раствор анализируемой пробы и рабочие растворы сравнения, подбирая их так, чтобы один давал больший, а другой — меньший аналитический сигнал (показания цифрового табло прибора), чем раствор анализируемой пробы (метод ограничивающих растворов), повторяя процедуру измерения три раза, и рассчитывают среднее арифметическое значение аналитического сигнала.

При определении кремния, железа, марганца одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт (опыт на загрязнение реактивов). Усредненное (из трех) значение аналитического сигнала контрольного опыта вычитают из значений аналитического сигнала раствора пробы.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю алюминия, ванадия, железа, кремния, марганца, молибдена и титана (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = C_1 + \frac{(C_2 - C_1) \cdot (A_x - A_1)}{A_2 - A_1},$$

где C_1 — массовая доля определяемого элемента в рабочем растворе сравнения с меньшим (по отношению к анализируемому) содержанием определяемого элемента, %;

C_2 — массовая доля определяемого элемента в рабочем растворе сравнения с большим (по отношению к анализируемому) содержанием определяемого элемента, %;

A_1 — значение оптической плотности рабочего раствора сравнения с меньшим (по отношению к анализируемому) содержанием определяемого элемента;

A_2 — значение оптической плотности рабочего раствора сравнения с большим (по отношению к анализируемому) содержанием определяемого элемента;

A_x — значение оптической плотности анализируемого раствора.

4.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение, %	Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение, %
1	2	3	1	2	3
Ванадий	30	0,6	Молибден	10	0,6
	40	0,9		15	0,8
	50	1,1		20	1,2
	60	1,4	Кремний	0,1	0,01
Алюминий	20	0,5		0,5	0,05
	30	0,8		1	0,1
	40	1,1	Железо	0,4	0,04
	50	1,4		1	0,1
Титан	5	0,6		2	0,2
	10	0,7	Марганец	0,5	0,05
	15	0,8		1	0,1
				2	0,2
				2,5	0,25

Изменение № 1 ГОСТ 26473.12—85 Сплавы и лигатуры на основе ванадия. Метод атомно-абсорбционного 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. Первый абзац и таблицу 1 изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на сплавы и лигатуры на основе ванадия и устанавливает атомно-абсорбционный метод определения компонентов и примесей, приведенных в табл. 1.

(Продолжение см. с. 40)

Таблица 1

Определяемый элемент	Определяемая массовая доля, %	Определяемый элемент	Определяемая массовая доля, %
Алюминий	10—50	Молибден	5—40
Ванадий	30—80	Титан	2—25
Железо	0,05—10	Хром	0,05—10
Кремний	0,05—1	Медь	0,05—1
Марганец	0,04—2,5		

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрофотометр атомно-абсорбционный, позволяющий проводить атомизацию в пламени»;

дополнить абзацами: «Хром металлический по ГОСТ 5905—79.

Медь металлическая с массовой долей основного вещества не менее 99,9 %.

Кремния порошок, прокаленный при 500 °С, с массовой долей основного вещества не менее 99,9 %.

(Продолжение см. с. 41)

Натрий кремнекислый, 9-водный.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с концентрацией 0,1 моль/дм³».

Пункт 2.1. Первый абзац. Исключить слова: «Раствор железа (рабочий), содержащий 0,1 мг/см³ железа, готовят разбавлением стандартного раствора водой в 10 раз»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Стандартный раствор кремния, содержащий 1 мг/см³ кремния, готовят одним из способов.

Первый способ: навеску массой 2,1309 г двуокиси кремния помещают в серебряную чашку, добавляют 6—8 г гидроокиси калия, приливают 30 см³ воды, перемешивают и нагревают до полного растворения. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой.

Второй способ: навеску массой 2,1309 г двуокиси кремния или 1,0000 г прокаленного порошка кремния сплавляют с 15 г натрия углекислого в платиновом тигле, охлаждают, выщелачивают раствором натрия гидроокиси и доливают до объема 1 дм³ этим же раствором.

Третий способ: приготовление стандартного раствора кремния по ГОСТ 4212—76 из натрия кремнекислого»;

восьмой абзац. Исключить слова: «Раствор марганца (рабочий), содержащий 0,1 мг/см³ марганца, готовят разбавлением стандартного запасного раствора водой в 10 раз»;

дополнить абзацами: «Стандартный раствор хрома (запасной), содержащий 10 мг/см³ хрома: 1 г металлического хрома помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1. По растворении приливают 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей, вновь охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой.

Раствор хрома (рабочий), содержащий 1 мг/см³ хрома, готовят разбавлением стандартного запасного раствора водой в 10 раз.

Стандартный раствор меди, содержащий 1 мг/см³ меди: 1 г металлической меди помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ азотной кислоты, растворяют при нагревании, разбавляют до 50 см³ водой, кипятят до удаления окислов азота. Раствор охлаждают до комнатной температуры и переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой».

Пункты 3.1.1, 3.1.2 изложить в новой редакции:

«3.1.1. Рабочие растворы сравнения для определения кремния, железа, марганца и меди готовят разбавлением соответствующих стандартных растворов, а для хрома — стандартного рабочего раствора. В шесть мерных колб вместимостью 100 см³ вводят по 0,25; (марганца — 0,2); 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 см³ стандартных растворов кремния, железа, марганца, меди, хрома, доводят до метки водой, получают растворы, содержащие 0,0025 (марганца 0,002), 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,05 мг/см³ этих элементов в растворе, что соответствует следующим массовым долям элементов в пробе: 0,05 (марганца 0,04), 0,1, 0,2, 0,4, 0,6 и 1,0 % кремния, железа, марганца, меди и хрома.

Для определения (при необходимости) марганца при содержании до 2,5 % готовят дополнительно рабочий раствор сравнения: в мерную колбу вместимостью 100 см³ вводят по 5,0 см³ стандартных растворов кремния, железа, стандартного рабочего раствора хрома и 12,5 см³ стандартного раствора марганца, доводят до метки водой, получают растворы, содержащие по 0,05 мг/см³ кремния, железа, хрома и 0,125 мг/см³ марганца, что соответствует 1 % кремния, железа, хрома и 2,5 % марганца.

3.1.2. Для определения ванадия, молибдена, алюминия, титана, хрома и железа в лигатурах состава ванадий-молибден-алюминий-железо-хром, ванадий-молибден-алюминий-титан, ванадий-алюминий-титан, ванадий-алюминий готовят последовательно четыре серии растворов сравнения.

Серия 1, растворы № 1—2. В две мерные колбы вместимостью 100 см³ последовательно вводят стандартные растворы 15,5 и 17,5 см³ ванадия; 15,0 и

(Продолжение см. с. 42)

17,5 см³ молибдена; 2,5 и 5,0 см³ хрома; 25 и 50 см³ железа; 14 и 7 см³ алюминия, доводят до метки водой. Получают растворы, содержащие 1,55 и 1,75 мг/см³ ванадия, 1,50 и 1,75 мг/см³ молибдена, 0,25 и 0,5 мг/см³ хрома и железа 1,4 и 0,7 мг/см³ алюминия.

Серия 1, растворы № 3—4 (рабочие растворы сравнения). Каждый из полученных растворов № 1—2 разбавляют в 20 раз. Для этого 5 см³ раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой, получают растворы, содержащие 0,0775 и 0,0875 мг/см³ ванадия, 0,075 и 0,0875 мг/см³ молибдена, 0,0125 и 0,025 мг/см³ хрома и железа, 0,070 и 0,035 мг/см³ алюминия, что соответствует следующим массовым долям элементов в пробе: 31 и 35 % ванадия, 30 и 35 % молибдена, 5 и 10 % хрома и железа, 28 и 14 % алюминия.

Серия 2, растворы № 1—2. В две мерные колбы вместимостью 100 см³ последовательно вводят стандартные растворы 15 и 17 см³ ванадия, 2,5, 17,5 и 20 см³ молибдена, 5,0 и 10,5 см³ алюминия, 12,5 и 3,5 см³ титана, доводят до метки водой. Получают растворы, содержащие 1,5 и 1,7 мг/см³ ванадия, 0,25, 1,75 и 2,0 мг/см³ молибдена, 0,5 и 1,05 мг/см³ алюминия, 1,25 и 0,35 мг/см³ титана.

Серия 2, растворы № 3—4 (рабочие растворы сравнения). Каждый из полученных растворов № 1—2 разбавляют в 20 раз. Для этого 5 см³ раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой, получают растворы, содержащие 0,075 и 0,085 мг/см³ ванадия, 0,0125, 0,0875 и 0,10 мг/см³ молибдена, 0,025 и 0,0525 мг/см³ алюминия, 0,0625 и 0,0175 мг/см³ титана, что соответствует следующим массовым долям элементов в пробе: 30 и 34 % ванадия, 5,35 и 40 % молибдена, 10 и 21 % алюминия, 25 и 7 % титана.

Серия 3, растворы № 1—3. В три мерные колбы вместимостью 100 см³ последовательно вводят стандартные растворы: 22,5, 25 и 30 см³ ванадия; 25, 21 и 13,5 см³ алюминия; 1,0, 2,5 и 5,0 см³ титана, доводят до метки водой. Получают растворы, содержащие 2,25, 2,5 и 3,0 мг/см³ ванадия, 2,5, 2,1 и 1,35 мг/см³ алюминия, 0,1, 0,25 и 0,5 мг/см³ титана.

Серия 3, растворы № 4—6 (рабочие растворы сравнения). Каждый из полученных растворов № 1—3 разбавляют в 20 раз. Для этого 5 см³ раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой, получают растворы, содержащие 0,1125, 0,125 и 0,15 мг/см³ ванадия, 0,125, 0,105 и 0,0675 мг/см³ алюминия, 0,005, 0,0125 и 0,025 мг/см³ титана, что соответствует следующим массовым долям элементов в пробе: 45, 50 и 60 % ванадия, 50, 42 и 27 % алюминия, 2,5 и 10 % титана.

Серия 4, растворы № 1—2. В две мерные колбы вместимостью 100 см³ последовательно вводят стандартные растворы 35 и 40 см³ ванадия, 15 и 10 см³ алюминия, доводят до метки водой. Получают растворы, содержащие 3,5 и 4,0 мг/см³ ванадия, 1,5—1,0 мг/см³ алюминия.

Серия 4, растворы № 3—4 (рабочие растворы сравнения). Каждый из полученных растворов № 1—2 разбавляют в 20 раз. Для этого 5 см³ раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой, получают растворы, содержащие 0,175 и 0,20 мг/см³ ванадия, 0,075 и 0,05 мг/см³ алюминия, что соответствует следующим массовым долям элементов в пробе: 70 и 80 % ванадия, 30 и 20 % алюминия».

Пункт 3.2. Первый абзац. Исключить слова: «(при лигатуре алюминий-ванадий-марганец-титан) или в стакан из стеклоуглерода (при лигатуре алюминий-ванадий-молибден-титан)»;

после слов «Полученный раствор используют для определения примесей кремния» дополнить словами: «железа, хрома, меди и марганца»;

второй абзац изложить в новой редакции: «Для определения компонентов сплава (при содержании более 1 %): алюминия, ванадия, железа, молибдена, титана и хрома полученный раствор разбавляют водой в 20 раз (аликвотную часть — 5 см³ переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой».

Пункт 3.3. Первый абзац после слов «Прибор приготавливают к работе» дополнить словами: «согласно инструкции по работе с прибором»;

таблицу 2 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 43)

Таблица 2

Элемент	Аналитическая линия, нм	Горелка	Ширина щели, мм	Расход газов, дм³/мин
Ванадий	318,4 439,0	Однощелевая, длина щели 50 мм	2	Закись азота — 12,5 ацетилен — 5,5
Алюминий	309,3	То же	2	То же
Титан	364,3	»	2	»
Молибден	313,3	»	2	»
Кремний	251,6	»	2	»
Хром	357,9	»	2	»
Железо	248,3	Однощелевая, длина щели 100 мм	2	Воздух — 24 ацетилен — 4,7
Марганец	279,4	То же	2	То же
Медь	324,8	»	2	»

Пункт 4.2 изложить в новой редакции: «4.2. Значения допускаемых расхождений приведены в табл. 3.

(Продолжение см. с. 44)

Таблица 3

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения, %	Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения, %
Ванадий	30,0	1,9	Хром	0,05	0,05
	40,0	2,1		0,10	0,01
	50,0	2,3		1,0	0,1
	60,0	2,5		5,0	0,4
	70,0	2,7		10,0	0,8
	80,0	2,9	Кремний	0,05	0,01
Алюминий	10,0	0,3		0,10	0,02
	20,0	0,5		0,5	0,1
	30,0	0,8		1,0	0,2
	40,0	1,1	Железо	0,05	0,01
	50,0	1,5		0,1	0,02
Титан	2,0	0,2		1,0	0,2
	5,0	0,4		5,0	0,5
	10,0	0,8		10,0	1,0
	15,0	1,2	Марганец	0,040	0,005
	25,0	2.0		0,10	0,01
Молибден	5,0	0,2		1,0	0,1
	10,0	0,4		2,5	0,3
	30,0	1,2	Медь	0,050	0,005
	10,0	1,6		0,10	0,01
				0,50	0,05
				1,0	0,1

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 8 1991 г.)