УДК 669.85/.86.018 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ РЕДКИХ МЕТАЛЛОВ

Спектральный метод определения кремния, железа, алюминия, марганца и хрома в сплавах на основе ванадия

Alloys and foundry alloys of rare metals. Spectral method for determination of silicon, iron, aluminium, manganese and chromium in alloys on vanadium base

ГОСТ 25278.12-82

ОКСТУ 1709

Срок действия с 01.07.83
до 01.07.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает спектральный метод определения кремния, железа, марганца и хрома (от 0,02 до 1%), алюминия (от 0,1 до 1%), в сплавах и лигатурах на основе ванадия (компоненты: вольфрама не более 10%, молибдена не более 10%, титана не более 15%, циркония не более 5%).

Метод основан на зависимости интенсивности спектральных линий кремния, железа, алюминия, марганца и хрома от их массовой доли в образце при возбуждении спектра в дуге постоянного тока.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Спектрограф дифракционный ДФС-8 с решеткой 600 штр/мм (комплетная установка с универсальным штативом) или аналогичный ему прибор.

Источник постоянного тока, обеспечивающий напряжение не менее 260 В и силу тока не менее 20 А.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру 800—900°С.

Микрофотометр МФ-2 или аналогичный ему прибор.

Чашки платиновые.

gost.e-ecolog.ru

Весы аналитические типа АДВ-200 или аналогичного типа.
Весы торсионные типа ВТ-500.
Спектропроектор типа ПС-18 или аналогичного типа.
Приспособление для заточки графитовых электродов.
Ступка и пестик из органического стекла.
Бокс из органического стекла.
Электроды графитовые ОСЧ-7—3 диаметром 6 мм, со сферическим углублением на торце (радиус сферы — 5 мм, глубина — 1 мм) и заточенные на выпуклую полусферу радиусом 5 мм, обожженные в дуге постоянного тока при 10 А в течение 7 с.
Вазелин косметический или аналогичный, чистый по кремнию, железу, алюминию, марганцу и хрому на уровне $5 \cdot 10^{-3}$% масс.
Пластинка из органического стекла размером 6×20 см для смешивания пробы с вазелином.
Подставки из оргстекла и дерева для электродов с пробой.
Мерник-пластина толщиной 4 мм с просверленным отверстием диаметром 5 мм.
Пластинки фотографические спектральные 9×12 тип 2, чувств. 15 ед. или аналогичные, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий.
Ванадия пятиокись спектрально-чистая.
Железа окись по ГОСТ 4173—77, ч.д.а.
Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73, ч.д.а.
Алюминия окись, ч.д.а.
Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.
Натрий серноватистокислый по ГОСТ 27068—86.
Марганца двуокись х.ч.
Хрома окись, ч.д.а.
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.
Проявитель по ГОСТ 10691.1—84.
Фиксаж: 300 г серноватистокислого натрия, 20 г хлористого аммония растворяют соответственно в 700 и 200 $см^3$ воды, сливают полученные растворы вместе и доводят общий объем водой до 1 $дм^3$.
Секундомер.
Калька.
Вата.
Шпатель.
Скальпель.
Пинцет.
Лампа инфракрасная ИКЗ-500 с регулятором напряжения типа РНО-250—0,5 или регулятором аналогичного типа.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление основного образца сравнения (ООС), содержащего по 5% кремния, железа, алюминия, марганца и хрома.

Образцы сравнения готовят на основе, представляющей собой чистую пятиокись ванадия (при суммарном содержании легирующих компонентов в сплаве до 8%) или искусственную смесь окислов, имитирующую состав анализируемого сплава (основа).

1,3400 г основы, 0,1069 г двуокиси кремния, 0,0715 г окиси железа, 0,0945 г окиси алюминия, 0,0790 г двуокиси марганца, 0,0730 г окиси хрома перетирают в ступке из органического стекла под слоем спирта (30 см^3) в течение 1,5—2 ч. Смесь просушивают под инфракрасной лампой до постоянной массы. Перед взятием навесок оксиды прокаливают при температуре 400°С до постоянной массы.

Массу навесок взвешивают на весах, шпателем пересыпают в пакеты из кальки. Шпатель, лодочку весов, ступку протирают ватой, смоченной спиртом. Для приготовления пакетов кальку разрезают скальпелем.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Приготовление образцов сравнения (ОС) последовательным разбавлением основного образца сравнения, а затем каждого последующего образца основой.

Массовая доля каждой из определяемых примесей в образце сравнения (в процентах в расчете на содержание металла в смеси металлов) и масса вводимых в смесь навесок основы и разбавляемого образца указаны в табл. 1.

Смеси перетирают в ступке под слоем спирта (30 см^3) в течение 1,5—2 ч и высушивают под инфракрасной лампой.

Образцы сравнения хранят в полиэтиленовых банках с крышками из полиэтилена.

Таблица 1

Обозначение рабочего образца сравнения	Массовая доля примеси кремния, железа, алюминия, марганца, хрома, %	Масса навесок, г	
		основы	разбавляемого образца
ОС1	1,0	1,4960	0,3740 (ООС)
ОС2	0,5	1,0000	1,0000 (ОС-1)
ОС3	0,2	1,1100	0,7400 (ОС-2)
ОС4	0,1	1,0000	1,0000 (ОС-3)
ОС5	0,05	1,0000	1,000 (ОС-4)
ОС6	0,02	0,6000	0,4000 (ОС-5)

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску анализируемой пробы массой 0,5 г помещают в платиновую чашку и прокаливают в муфеле до постоянной массы при температуре 850°С.

Взятую из муфельной печи чашку с окисленным расплавом охлаждают на воздухе, смочив расплав 10 см³ спирта. Слегка деформируя стенки чашки, извлекают расплав и тщательно растирают его с 10 см³ спирта в ступке из органического стекла. Смесь просушивают под инфракрасной лампой до постоянной массы. Взвешивают на торсионных весах 5 мг подготовленного образца и смешивают его с вазелином, взятым с помощью мерника, на стеклянной пластинке с помощью шпателя. Полученную смесь наносят шпателем на три электрода со сферическим углублением на торце.

Электрод с пробой устанавливают в нижний держатель штатива с помощью пинцета. В верхний держатель устанавливают угольный электрод, заточенный на выпуклую полусферу. Индекс шкалы длин волн спектрографа устанавливают так, чтобы участок спектра около 290 нм оказался в середине спектрограммы. На промежуточном конденсоре устанавливают диафрагму 5 мм. Между электродами зажигают дугу постоянного тока и фотографируют спектры каждой пары электродов на спектрографе, пользуясь трехлинзовой системой освещения щели.

Ток дуги поддерживают равным (15±0,5) А.

Межэлектродное расстояние 3 мм, экспозиция каждого спектра 30 с. Те же операции выполняют с образцами сравнения, спектры которых фотографируют на ту же фотопластинку. Спектр каждого анализируемого образца (или каждого образца сравнения) фотографируют три раза.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. В каждой из полученных спектрограмм фотометрированием находят почернение аналитической линии примеси ($S_{ал}$) и линии сравнения ($S_{ср}$) (табл. 2) и вычисляют разности почернений $\Delta S = S_{ал} - S_{ср}$. По трем значениям ΔS_1, ΔS_2, ΔS_3, полученным по трем спектрограммам, снятым для каждого образца, находят среднее арифметическое значение ($\overline{\Delta S}$).

По результатам фотометрирования спектров образцов сравнения строят градуировочные графики в координатах $\lg C - \overline{\Delta S}$, где $\lg C$ — логарифм массовой доли определяемого элемента в образце сравнения.

Таблица 2

Аналитическая линия определяемого элемента		Аналитическая линия элемента сравнения	
Элемент	Длина волны, нм	Элемент	Длина волны, нм
Кремний	251,92	Ванадий	252,03
Железо	259,84	Ванадий	252,03
Алюминий	257,51	Ванадий	257,65
Хром	269,84	Ванадий	269,47
Марганец	259,29	Ванадий	259,22

Массовую долю кремния, железа, алюминия, хрома и марганца в сплаве находят по результатам фотометрирования спектров при помощи градуировочных графиков.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Расхождения между результатами трех определений (разность большего и меньшего) и результатами двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Допускаемые расхождения, %
Кремний	0,02	0,01
	0,10	0,05
	1,0	0,4
Железо	0,02	0,01
	0,10	0,05
	1,0	0,4
Алюминий	0,10	0,03
	0,5	0,2
	1,0	0,4
Хром	0,02	0,01
	0,10	0,05
	1,0	0,4
Марганец	0,02	0,01
	0,10	0,05
	1,0	0,4

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.3. Проверка значения контрольного опыта

Для проверки значения контрольного опыта на шесть угольных электродов наносят смешанную с вазелином основу анализируемого сплава и фотографируют спектры по п. 4. В полученных спектрограммах фотометрируют плотности почернений аналитических линий кремния, железа, алюминия, хрома и марганца.

(см. табл. 2). Разность почернений ($S_{л+ф} - S_ф$) не должна превышать 0,02 единицы почернений (фон измеряется в сторону более коротких длин волн от аналитической линии).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

ИСПОЛНИТЕЛИ

Ю. А. Карпов, Е. Г. Намврина, В. Г. Мискарьянц, Г. Н. Андрианова, Е. С. Данилин, М. А. Десяткова, Л. И. Кирсанова, Т. М. Малютина, Е. Ф. Маркова, В. М. Михайлов, Л. А. Никитина, Л. Г. Обручкова, Н. А. Разницина, Н. А. Суворова, Л. Н. Филимонов

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.05.82 № 2120**

3. **Срок проверки — 1993 г.**
Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 3773—72	Разд. 2
ГОСТ 4173—77	Разд. 2
ГОСТ 9428—73	Разд. 2
ГОСТ 10691.1—84	Разд. 2
ГОСТ 26473.0—85	1.1
ГОСТ 27068—86	Разд. 2

6. **Срок действия стандарта продлен до 01.01.93 Постановлением Госстандарта СССР от 29.10.87 № 4096**

7. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1988 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1987 г. (ИУС 1—88).**

gost.e-ecolog.ru