ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 7530-2— 2016

СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ

Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени

Часть 2

Определение содержания кобальта

ISO 7530-2:1990
Nickel alloys — Flame atomic absorption spectrometric analysis — Part 2: Determination of cobalt content

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина» на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 145 «Методы контроля металлопродукции»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 марта 2016 г. № 115-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 7530-2:1990 «Сплавы никелевые. Спектрометрический анализ методом атомной абсорбции в пламени. Часть 2. Определение содержания кобальта» (ISO 7530-2:1990 «Nickel alloys — Flame atomic absorption spectrometric analysis — Part 2: Determination of cobalt content»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствии с ГОСТ Р 1.5 (подраздел 3.5)

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Реактивы 1
5 Аппаратура 2
6 Отбор проб 2
7 Проведение анализа 2
8 Обработка результатов 3
9 Протокол испытаний 4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) 5

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ

Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени

Часть 2

Определение содержания кобальта

Nickel alloys. Flame atomic absorption spectrometric analysis. Part 2. Determination of cobalt content

Дата введения — 2016—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает пламенный атомно-абсорбционный спектрометрический метод определения кобальта в никелевых сплавах. Метод применим для определения массовой доли кобальта в диапазоне от 0,01 % до 4 %. Типичный химический состав некоторых сплавов никеля приведен в ИСО 7530-1, приложение В.

Общие требования, касающиеся оборудования, отбора проб, растворения анализируемых образцов, атомно-абсорбционных измерений, расчетов и протоколов испытаний, приведены в ИСО 7530-1.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ИСО 5725:1986 Прецизионность методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости результатов стандартного метода с помощью межлабораторных испытаний (ISO 5725:1986, Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests) [1)]

ИСО 7530-1:1990 Сплавы никелевые. Спектрометрический анализ методом атомной абсорбции в пламени. Часть 1. Общие требования и растворение образца (ISO 7530-1:1990, Nickel alloys — Flame atomic absorption spectrometric analysis — Part 1: General requirements and sample dissolution)[2)]

3 Сущность метода

Навеску пробы растворяют в кислоте и распыляют анализируемый раствор в воздушно-ацетиленовое пламя атомно-абсорбционного спектрометра. Измеряют величину абсорбции резонансной энергетической линии спектра кобальта и сравнивают со значением абсорбции градуировочных растворов при длине волны 240,7 нм.

4 Реактивы

В дополнение к реактивам, перечисленным в стандарте ИСО 7530-1, требуются следующие специальные реактивы.

[1)] Действуют: ИСО 5725-1:1994, ИСО 5725-2:1994, ИСО 5725-3:1994, ИСО 5725-4:1994, ИСО 5725-5:1998, ИСО 5725-6:1994.

[2)] Действует ИСО 7530-1:2015 «Сплавы никелевые. Спектрометрический анализ методом атомной абсорбции в пламени. Часть 1. Определение содержания кобальта, хрома, меди, железа и марганца».

Издание официальное

4.1 Стронция хлорид, раствор

В стакан вместимостью 600 см^3 помещают 113,5 г шестиводного хлорида стронция ($SrCl_2 \cdot 6H_2O$), растворяют в 400 см^3 горячей воды температурой 50 °С — 60 °С, охлаждают и переносят мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3. Доводят до метки водой и перемешивают. Хлорид стронция должен быть свободен от солей тяжелых металлов.

4.2 Кобальт, стандартный аттестованный раствор 1,000 г/дм^3

Взвешивают (с точностью до 0,001 мг) 1,000 г металлического кобальта с массовой долей кобальта не менее 99,9 %. Помещают навеску в стакан вместимостью 400 см^3, добавляют 30 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3), разбавленной 1:1, и нагревают до полного растворения. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3 и добавляют 35 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3). Доводят до метки водой, перемешивают и помещают в полиэтиленовый сосуд для хранения.

4.3 Кобальт, стандартный раствор 50 мг/дм^3

Отбирают пипеткой 50 см^3 стандартного раствора кобальта (4.2) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3, добавляют 50 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3), доводят до метки водой и перемешивают. Хранят раствор в полиэтиленовом сосуде.

5 Аппаратура

Требования к аппаратуре установлены в ИСО 7530-1, раздел 5.

6 Отбор проб

Описание процедур отбора проб приведено в ИСО 7530-1, раздел 6.

7 Проведение анализа

7.1 Приготовление анализируемого раствора

Операции выполняют в соответствии с ИСО 7530-1, пункты 7.1.1–7.1.4.

7.1.1 Первичные разбавления

7.1.1.1 Первичное разбавление для содержаний кобальта от 0,01 % масс. до 0,10 % масс.

Анализируемый раствор (7.1) помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см^3. Добавляют 4 см^3 раствора хлорида стронция (4.1), доводят до метки водой и перемешивают. Удаляют любые выделившиеся продукты гидролиза фильтрованием раствора через сухой фильтр или центрифугированием.

7.1.1.2 Первичное разбавление для содержаний кобальта от 0,1 % масс. до 4,0 % масс.

Анализируемый раствор (7.1) помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 500 см^3, добавляют 20 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3), доводят до метки водой и перемешивают. Удаляют любые выделившиеся продукты гидролиза фильтрованием раствора через сухой фильтр или центрифугированием.

7.1.2 Вторичные разбавления

7.1.2.1 Вторичное разбавление для содержаний кобальта от 0,1 % масс. до 0,8 % масс.

Отбирают пипеткой 50 см^3 раствора (7.1.1.2) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см^3, добавляют 4 см^3 раствора хлорида стронция (4.1) и 3 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3), доводят до метки водой и перемешивают.

7.1.2.2 Вторичное разбавление для содержаний кобальта от 0,4 % масс. до 4 % масс.

Отбирают пипеткой 10 см^3 раствора (7.1.1.2) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см^3, добавляют 4 см^3 раствора хлорида стронция (4.1) и 5 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3), доводят до метки водой и перемешивают.

7.2 Холостой опыт

Холостой опыт выполняют параллельно с определением кобальта в анализируемой пробе, следуя той же методике и используя те же количества всех реактивов, за исключением навески пробы.

7.3 Градуировочные растворы кобальта

Используя пипетку, вносят в пять мерных колб с одной меткой вместимостью 100 $см^3$ каждая 0, 5, 10, 15 и 20 $см^3$ стандартного раствора кобальта (4.3). Добавляют в колбы по 4 $см^3$ раствора хлорида стронция (4.1) и по 5 $см^3$ соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ $г/см^3$). Доводят до метки водой и перемешивают.

7.4 Градуировка и определение

7.4.1 Атомно-абсорбционные измерения

Выполняют измерения на длине волны 240,7 нм, следуя описаниям ИСО 7530-1 (пункт 7.4.1) и используя в качестве атомизатора воздушно-ацетиленовое пламя.

7.4.2 Построение градуировочных графиков

Следуют процедуре ИСО 7530-1, пункт 7.4.2.

7.5 Число определений

Выполняют определение не менее чем два раза.

8 Обработка результатов

8.1 Вычисления

Расчеты проводят в соответствии с ИСО 7530-1, подраздел 8.1.

8.2 Прецизионность

8.2.1 Межлабораторные испытания

Десять лабораторий из шести стран — участников межлабораторного эксперимента проводили испытания настоящей методики, используя 5 образцов, номинальный химический состав которых представлен в таблице 1.

Таблица 1 — Номинальный состав испытуемых образцов

В процентах по массе

№ образца	Al	Co	Cr	Cu	Fe	Mn	Ni	Si	Ti
825	0,2	0,07	21	1,6	30	0,7	Остальное	0,4	1,1
902	0,4	0,05	5	0,04	48	0,4	Остальное	0,35	2,5
3920	0,15	2	19	0,1	3	0,3	Остальное	0,6	2,3
3927	0,1	1	20	0,05	44	0,4	Остальное	0,8	0,6
7049	1	00,1	15	0,15	7	0,8	Остальное	0,3	2,3

8.2.2 Статистическая обработка

8.2.2.1 Полученные результаты анализа были обработаны в соответствии с положениями стандарта ИСО 5725, как описано в ИСО 7530-1, пункт 8.2.2. Результаты этой обработки представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Результаты статистической обработки

Стандартный образец	Среднее содержание Co, % масс.	Внутрилабораторное стандартное отклонение	Межлабораторное стандартное отклонение	Предел повторяемости	Предел воспроизводимости
825	0,067	0,0006	0,0021	0,0016	0,0060
902	0,046	0,0012	0,0017	0,0035	0,0060
3920	2,01	0,029	0,0	0,082	0,082
3927	1,03	0,016	0,022	0,045	0,077
7049	0,0072	0,0002	0,0009	0,0006	0,0026

8.2.2.2 Результаты трех лабораторий были отклонены, как не удовлетворяющие критерию Кохрана: двух — по результатам анализа образца 825 и одной — по образцу 3927.

9 Протокол испытаний

Протокол оформляют в соответствии с ИСО 7530-1, раздел 9.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам)

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 5725: 1986	—	*
ИСО 7530-1:1990	IDT	ГОСТ Р ИСО 7530-1—2016 «Сплавы никелевые. Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени. Часть 1. Общие требования и растворение анализируемого образца»

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты.

УДК 669.14:620.2:006.354 ОКС 77.080.20 ОКСТУ 0709

Ключевые слова: никелевые сплавы, спектрометрический метод, атомная абсорбция в пламени, кобальт, определение содержания

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 14.04.2016. Подписано в печать 28.04.2016. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 32 экз. Зак. 1202.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва. Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru