ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 7530-3— 2016

СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ

Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени

Часть 3

Определение содержания хрома

ISO 7530-3:1990
Nickel alloys — Flame atomic absorption spectrometric analysis — Part 3: Determination of chromium content

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Центральный научно-исследовательский институт 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. № 116-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 7530-3:1990 «Сплавы никелевые. Спектрометрический анализ методом атомной абсорбции в пламени. Часть 3. Определение содержания хрома» (ISO 7530-3:1990 «Nickel alloys — Flame atomic absorption spectrometric analysis — Part 3: Determination of chromium 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 3
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) 4

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ

Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени

Часть 3

Определение содержания хрома

Nickel alloys. Flame atomic absorption spectrometric analysis. Part 3. Determination of chromium content

Дата введения — 2016—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает пламенный атомно-абсорбционный спектрометрический метод определения хрома в никелевых сплавах. Метод применим для определения массовой доли хрома 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 образцов (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 динитрооксид-ацетиленовое пламя атомно-абсорбционного спектрометра. Измеряют величину абсорбции резонансной энергетической линии спектра хрома и сравнивают со значением абсорбции градуировочных растворов при длине волны 357,9 нм.

4 Реактивы

В дополнение к реактивам, перечисленным в 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, раствор охлаждают и переносят мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3. Доводят до метки водой и перемешивают. Исходный хлорид стронция должен быть свободен от солей тяжелых металлов.

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

Взвешивают (с точностью до 0,001 мг) 1,000 г металлического хрома, с массовой долей хрома 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 Хром, стандартный раствор 50 мг/дм^3

Отбирают пипеткой 50 см^3 стандартного раствора хрома (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 дано 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 хрома 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 хрома 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 хрома 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 хрома 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 хрома в анализируемой пробе, следуя той же методике и используя те же количества всех реактивов, за исключением навески пробы.

7.3 Градуировочные растворы хрома

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 хрома (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 357,9 нм, следуя описаниям в ИСО 7530-1 (пункт 7.4.1) и используя в качестве атомизатора динитрооксид-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 двух раз.

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 пяти стран — участников межлабораторного эксперимента проводили испытания настоящей методики, используя один образец, номинальный химический состав которого представлен в таблице 1.

Таблица 1 — Номинальный состав испытуемого образца

В процентах по массе

№ образца	Al	Co	Cr	Cu	Fe	Mn	Ni	Si	Ti
902	0,4	0,05	5	0,04	48	0,4	Остальное	0,35	2,5

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
902	5,16	0,034	0,102	0,096	0,30

8.2.2.2 Результаты одной лаборатории были отклонены, как не удовлетворяющие критерию Кохрана, и результаты еще одной лаборатории отклонены по причине несоответствия критерию Диксона.

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, хром, определение содержания

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
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. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 31 экз. Зак. 1203.

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

gost.e-ecolog.ru