ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 7530-8— 2017

СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ

Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени

Часть 8

Определения содержания кремния

(ISO 7530-8:1992, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Центральный научно-исследовательский институт им. И.П. Бардина» на основе собственного перевода на русский язык 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 4 июля 2017 г. № 626-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 7530-8:1992 «Сплавы никелевые. Спектрометрический анализ методом атомной абсорбции в пламени. Часть 8. Определение содержания кремния» (ISO 7530-8:1992 «Nickel alloys — Flame atomic absorption spectrometric analysis — Part 8: Determination of silicon content», IDT).

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». 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 (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2017

Настоящий стандарт не может быть 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 и пробоподготовка 2
7 Проведение анализа 2
8 Обработка результатов 3
9 Протокол испытаний 4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам 5

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ

Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени

Часть 8

Определения содержания кремния

Nickel alloys. Flame atomic absorption spectrometric method. Part 8. Determination of silicon content

Дата введения —2018—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает пламенный атомно-абсорбционный спектрометрический метод определения кремния в никелевых сплавах. Метод применим для определения массовой доли кремния в диапазоне от 0,2 до 1 %. Типичный состав никелевых сплавов приведен в ИСО 7530-1:1990.

Общие требования, касающиеся оборудования, пробоотбора, 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 стандарты:

ISO 5725:1986* Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (Точность методов испытания. Определение повторяемости и воспроизводимости для стандартного метода испытания по результатам межлабораторных испытаний)

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

3 Сущность метода

Навеску пробы растворяют в кислоте и распыляют анализируемый раствор в динитрооксид-ацетиленовое пламя атомно-абсорбционного спектрометра. Измеряют абсорбцию резонансной энергетической линии спектра кремния и сравнивают со значением абсорбции градуировочных растворов, измеренной на длине волны 251,6 нм.

4 Реактивы

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

4.1 Фтористоводородная кислота, $\rho_{20} \approx 1{,}15$ г/см^3.

---

* Заменен на ISO 5725-1:1994, ISO 5725-2:1994, ISO 5725-3:1994, ISO 5725-4:1994, ISO 5725-5:1998, ISO 5725-6:1994.

** Заменен на ISO 7530-1:2015.

Издание официальное

Предостережение — Фтористоводородная кислота чрезвычайно раздражающе и агрессивно действует на кожу и слизистые оболочки, вызывая открытые раны и ожоги кожи, которые медленно заживают. При попадании кислоты на кожу необходимо промыть ее большим количеством воды и обратиться за медицинской помощью.

4.2 Фтористоводородная кислота, $\rho_{20} \approx 1{,}15$ г/см^3, разбавленная 1:9.

4.3 Лития хлорид (LiCl), раствор

55 г хлорида лития помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 150 см^3 теплой воды, раствор охлаждают и переносят мерную колбу с одной меткой вместимостью 200 см^3. Доводят до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в пластиковом сосуде.

4.4 Кремний, стандартный раствор (1,000 г/дм^3)

Взвешивают 1,000 г кремния элементного (с точностью 0,001 мг) с массовой долей кремния не менее 99,9 %. Помещают навеску в политетрафторэтиленовый стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 20 см^3 азотной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}41$ г/см^3) и обмывают стенки стакана водой. Добавляют по каплям фтористоводородную кислоту (4.1) до инициации и поддержания реакции (требуется, примерно, 10 см^3 фтористоводородной кислоты). После растворения основной массы кремния, добавляют еще 10 см^3 фтористоводородной кислоты, накрывают стакан и выдерживают при температуре не более 50 °С до полного растворения. Раствор переносят в пластиковую мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3 и добавляют 20 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3). Доводят до метки водой и перемешивают раствор, хранят в полиэтиленовом сосуде.

4.5 Кремний, стандартный раствор (100 мг/дм^3)

Отбирают пластиковой пипеткой 50 см^3 стандартного раствора кремния (4.4) в пластиковую мерную колбу с одной меткой вместимостью 500 см^3, добавляют 5 см^3 разбавленной фтористоводородной кислоты (4.2) и 10 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3). Разбавляют до метки водой и перемешивают. Хранят раствор в полиэтиленовом сосуде.

5 Аппаратура

Важно — Пластиковые стаканы и мерная посуда должны быть использованы на всем протяжении анализа.

В дополнение к аппаратуре, определенной в разделе 5 ИСО 7530-1, требуется следующая химическая посуда.

5.1 Пластиковые стаканы вместимостью 250 см^3, предпочтительно выполненные из политетрафторэтилена.

5.2 Бюретки градуированные с ценой деления 0,1 см^3, изготовленные из акрила.

5.3 Пипетки из пропилена вместимостью (10, 25 и 50) см^3.

5.4 Мерные колбы с одной меткой вместимостью (100, 500 или 1000) см^3, изготовленные из полипропилена или полиметилпентена.

6 Отбор проб и пробоподготовка

Описание процедур дано в разделе 6 ИСО 7530-1.

7 Проведение анализа

7.1 Приготовление анализируемого раствора

7.1.1 Растворение навески в кислоте

Взвешивают с точностью до 0,001 г навеску пробы массой 1,00 г и помещают ее в чистый пластиковый стакан (5.1). Добавляют 20 см^3 смеси кислот, содержащей 1 часть азотной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}41$ г/см^3) и 3 части соляной ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3). Нагревают при температуре, достаточной для инициирования растворения и для поддержания процесса до полного растворения навески. Для труднорастворимых сплавов в стакан с растворяемой навеской дополнительно добавляют порциями по 1 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3) и продолжают нагревание до полного растворения навески.

7.1.2 Приготовление конечного анализируемого раствора

Охлаждают раствор и обмывают стенки стакана и часовое стекло минимальным количеством воды. Добавляют 5 см^3 разбавленной фтористоводородной кислоты (4.2) и оставляют на 1 ч, периодически помешивая раствор вращающим движением.

7.1.3 Первичные разбавления

7.1.3.1 Исходное разбавление раствора для содержаний кремния в пробе от 0,2 % (масс.) до 0,25 % (масс.)

Анализируемый раствор, полученный по 7.1.2, переносят в пластиковую мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см^3. Добавляют 2 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3) и разбавляют раствор, примерно, до 80 см^3 водой. Добавляют 3 см^3 хлорида лития (4.3), доводят до метки водой и перемешивают.

7.1.3.2 Исходное разбавление раствора для содержаний кремния в пробе от 0,5 % (масс.) до 1,0 % (масс.)

Анализируемый раствор, полученный по 7.1.2 переносят в пластиковую мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

7.1.4 Вторичные разбавления для содержаний кремния от 0,5 % (масс.) до 1,0 % (масс.)

Отбирают пипеткой 50 см^3 раствор (7.1.3.2) в пластиковую мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см^3. Добавляют 2 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3) и 2,5 см^3 разбавленной фтористоводородной кислоты (4.2). Разбавляют раствор примерно до 80 см^3 водой и перемешивают. Добавляют 3 см^3 хлорида лития (4.3), доводят до метки водой и перемешивают.

7.2 Холостой опыт

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

7.3 Градуировочные растворы кремния

В шесть пластиковых мерных колб с одной меткой вместимостью 100 см^3 при помощи пластиковой бюретки (5.2) вносят: 0; 10; 20; 30; 40 и 50 см^3 стандартного раствора кремния (4.5). Добавляют в колбы по 2 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3) и по 5 см^3 разбавленной фтористоводородной кислоты (4.2), разбавляют раствор примерно до 80 см^3 водой и перемешивают. Добавляют по 3 см^3 хлорида лития (4.3), доводят до метки водой и перемешивают. Эти градуировочные растворы соответствуют: 0; 10; 20; 30; 40 и 50 мг/дм^3 кремния.

7.4 Градуировочный график и определение

7.4.1 Атомно-абсорбционные измерения

Выполняют измерения на длине волны 251,6 нм, следуя описаниям п. 7.4.1 ИСО 7530-1 и используя в качестве атомизатора динитрооксид-ацетиленовое пламя.

Примечание — Для исключения эффектов памяти система горелки должна очищаться от остатков кремния распылением разбавленного раствора фтористоводородной кислоты [10 см^3 разбавленной фтористоводородной кислоты (4.2) и 90 см^3 воды], перед распылением измеряемых растворов. В пламя горелки распыляют раствор разбавленной кислоты до возвращения значения аналитического сигнала к базовой линии, т. е. к состоянию, когда остатки кремния полностью улетучиваются. После этого продолжают распылять дистиллированную воду и далее измеряемый раствор в соответствии с процедурой стандарта.

7.4.2 Построение градуировочных графиков

Построение градуировочных графиков выполняют в соответствии с процедурой, описанной в п. 7.4.2 ИСО 7530-1.

7.5 Число определений

Каждое определение выполняют по меньшей мере дважды.

8 Обработка результатов

8.1 Вычисления

Расчеты проводят в соответствии с п. 8.1 ИСО 7530-1.

8.2 Точность

8.2.1 Межлабораторные испытания

Шесть лабораторий из четырех стран участвовали в межлабораторном эксперименте и проводили проверку настоящей методики, используя шесть образцов, номинальный химический состав которых представлен в таблице 1.

8.2.2 Статистическая обработка результатов

8.2.2.1 Результаты анализа были обработаны в соответствии с положениями ИСО 5725, как это представлено в п. 8.2.2 ИСО 7530-1. Результаты этой обработки даны в таблице 2.

8.2.2.2 Исключенных результатов при статистической обработке не было.

Таблица 1 — Номинальный состав испытуемых образцов (% масс.)

№ 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
7013	1,5	17	20	0,2	0,2	0,05	Остальное	0,7	2,4
7049	1	0,01	15	0,15	7	0,8	Остальное	0,3	2,3

Таблица 2 — Результаты статистической обработки

№ стандартного образца	Среднее содержание, % (масс.)	Внутрилабораторное стандартное отклонение	Межлабораторное стандартное отклонение	Повторяемость	Воспроизводимость
825	0,403	0,0066	0,0236	0,0185	0,0694
902	0,344	0,0039	0,0149	0,0110	0,0435
3920	0,614	0,0166	0,0175	0,0470	0,0682
3927	0,816	0,0195	0,0403	0,0551	0,127
7013	0,721	0,0174	0,0213	0,0491	0,0778
7049	0,336	0,0066	0,0144	0,0187	0,0448

9 Протокол испытаний

Протокол оформляют в соответствии с разделом 9 ИСО 7530-1.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам

Таблица ДА.1

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

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта:
- IDT — идентичный стандарт.

УДК 669.14:620.2:006.354 ОКС 77.080.20 В39 ОКСТУ 0709

Ключевые слова: сплавы никелевые, кремний, химический анализ, определение содержания, атомно-абсорбционный метод

БЗ 8—2017/257

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 06.07.2017 Подписано в печать 27.07.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 24 экз. Зак. 1225.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

gost.e-ecolog.ru