ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 7530-9— 2017

СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ

Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени

Часть 9

Определения содержания ванадия

(ISO 7530-9:1993, 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 официального 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. № 627-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 7530-9:1993 «Сплавы никелевые. Спектрометрический анализ методом атомной абсорбции в пламени. Часть 9. Определение содержания ванадия» (ISO 7530-9:1993 «Nickel alloys — Flame atomic absorption spectrometric analysis — Part 9: Determination of vanadium content»).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, 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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ

Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени

Часть 9

Определения содержания ванадия

Nickel alloys. Flame atomic absorption spectrometric analysis. Part 9. Determination of vanadium content

Дата введения — 2018—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает пламенный атомно-абсорбционный спектрометрический метод определения ванадия в никелевых сплавах. Метод применим для определения массовой доли ванадия в диапазоне от 0,05 % до 1 % в сплавах никелевых. Типичный состав сплавов никелевых приведен в ИСО 7530-1:1990*, приложение В.

Общие требования, касающиеся оборудования, пробоотбора, растворения анализируемых образцов, атомно-абсорбционных измерений, расчетов и протоколов испытаний приведены в ИСО 7530-1:1990*.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ISO 5725:1986** Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (Точность методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости для стандартного метода испытаний 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 метод атомной абсорбции в пламени. Часть 1. Общие требования и растворение образцов).

3 Сущность метода

Навеску пробы растворяют в кислоте и распыляют анализируемый раствор в динитрооксид-ацетиленовое пламя атомно-абсорбционного спектрометра. Измеряют абсорбцию на резонансной энергетической линии спектра ванадия и сравнивают со значением абсорбции градуировочных растворов, измеренной на длине волны 318,4 нм.

---

* Заменен. Действует ISO 7530-1:2015.

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

Издание официальное

4 Реактивы

В дополнение к реактивам, перечисленным в разделе 4 ИСО 7530-1:1990, требуются следующие специальные реактивы.

4.1 Метаванадат аммония (NH_4VO_3), как альтернатива чистого металлического ванадия

4.2 Стронция хлорид, раствор

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

4.3 Ванадий, стандартный раствор (1,000 г/дм^3)

4.3.1 Приготовление раствора из ванадия металлического

Взвешивают 1,000 г ванадия металлического (с точностью 0,001 мг), с массовой долей ванадия не менее 99,9 %. Помещают навеску в стакан вместимостью 400 см^3, добавляют 60 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3) и 20 см^3 азотной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}41$ г/см^3). Нагревают содержимое стакана до полного растворения навески. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3. Доводят до метки водой, перемешивают и хранят в полиэтиленовом сосуде.

4.3.2 Приготовление из метаванадата аммония

Взвешивают 2,296 г метаванадата аммония (4.1) и помещают навеску в стакан вместимостью 600 см^3, добавляют, примерно, 400 см^3 воды. Нагревают содержимое стакана до растворения соли. Переносят теплый раствор в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3 и добавляют 400 см^3 холодной воды, 50 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3) и 10 см^3 азотной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}41$ г/см^3). Раствор охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки водой, перемешивают и хранят в полиэтиленовом сосуде.

4.4 Ванадий, стандартный раствор (250 мг/дм^3)

50 см^3 стандартного раствора ванадия (4.3) отбирают пипеткой в мерную колбу с одной меткой вместимостью 200 см^3, доводят до метки водой и перемешивают. Хранят раствор в полиэтиленовом сосуде.

5 Аппаратура

Требуемая аппаратура приведена в разделе 5 ИСО 7530-1:1990.

6 Отбор проб и пробоподготовка

Описание процедур приведено в разделе 6 ИСО 7530-1:1990.

7 Проведение анализа

7.1 Приготовление анализируемого раствора

Процесс растворения проводят в соответствии с 7.1.1—7.1.4 ИСО 7530-1:1990, используя 3 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3) и 1 см^3 азотной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}41$ г/см^3), вместо 5 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3) для растворения солей.

7.1.1 Первичное разбавление раствора при содержании ванадия в пробе от 0,05 % (масс.) до 0,35 % (масс.)

Анализируемый раствор (7.1) помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см^3. Добавляют 5 см^3 раствора хлорида стронция (4.2), доводят до метки водой и перемешивают. Удаляют любые продукты гидролиза седиментацией и фильтрованием через сухой фильтр или центрифугированием.

7.1.2 Вторичное разбавление раствора при содержании ванадия в пробе от 0,35 % (масс.) до 1,0 % (масс.)

Отбирают пипеткой 20 см^3 раствора (7.1.1) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см^3. Добавляют 4 см^3 раствора хлорида стронция (4.2), 3 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3) и 1 см^3 азотной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}41$ г/см^3). Разбавляют раствор до метки водой и перемешивают.

7.2 Холостой опыт

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

7.3 Градуировочные растворы ванадия

В пять мерных колб с одной меткой вместимостью 100 $см^3$, используя бюретку, вводят: (0; 4,0; 8,0; 12,0 и 16,0) $см^3$ стандартного раствора ванадия (4.4). Добавляют по 5 $см^3$ раствора хлорида стронция (4.2), по 3 $см^3$ соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1,18$ г/$см^3$) и по 1 $см^3$ азотной кислоты ($\rho_{20} \approx 1,41$ г/$см^3$), доводят до метки водой и перемешивают. Эти градуировочные растворы соответствуют: (0; 10; 20; 30 и 40) мг/$дм^3$ ванадия.

7.4 Градуировочный график и определение

7.4.1 Атомно-абсорбционные измерения

Выполняют измерения на длине волны 318,4 nm, следуя описаниям (7.4.1) ИСО 7530-1:1990 и используя обогащенное топливом динитрооксид-ацетиленовое пламя.

7.4.2 Построение градуировочных графиков

Построение градуировочных графиков выполняют в соответствии с процедурой, приведенной в 7.4.2 ИСО 7530-1:1990.

7.5 Число определений

Определение выполняют по меньшей мере дважды.

8 Обработка результатов

8.1 Вычисления

Расчеты проводят в соответствии с 8.1 ИСО 7530-1:1990.

8.2 Точность

8.2.1 Межлабораторные испытания

Шесть лабораторий из четырех стран участвовали в межлабораторном эксперименте и проводили проверку настоящей методики, используя образец IN100. Девять лабораторий из пяти стран анализировали образцы NPK31 и 925, 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 стандарта ИСО 5725, по 8.2.2 ИСО 7530-1:1990. Результаты этой обработки приведены в таблице 2.

8.2.2.2 Результаты одной лаборатории (образец 925) были отклонены, как не удовлетворяющие критерию Кохрана.

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

№ образца	Al	Co	Cr	Fe	Mo	Ni	Nb	Ti	V	Zr
IN100	5,5	15	10	< 0,5	0,3	Остальное	—	5	1	0,05
NPK31	0,5	14	20	1	4,5	Остальное	5	2	0,3	—
925	0,3	0,2	21	27	3	Остальное	0,4	2	0,05	—

Таблица 2 — Результаты статистической обработки

№ стандартного образца	Среднее содержание, % (масс.)	Внутрилабораторное стандартное отклонение	Межлабораторное стандартное отклонение	Повторяемость	Воспроизводимость
IN100	0,965	0,0058	0,0357	0,0165	0,1017
NPK31	0,286	0,0087	0,0262	0,0247	0,0761
925	0,042	0,0012	0,0059	0,0034	0,0170

9 Протокол испытаний

Протокол оформляют в соответствии с разделом 9 ИСО 7530-1:1990.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации

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 стандартов:

- IDT — идентичный стандарт.

УДК 669.14:620.2:006.354 ОКС 77.080.20 В 39 ОКСТУ 0709

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

БЗ 6—2017/58

Редактор *Е.В. Таланцева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 06.07.2017. Подписано в печать 14.07.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,84. Тираж 22 экз. Зак. 1164.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru