ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 7530-7— 2017

СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ

Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени

Часть 7

Определение содержания алюминия

(ISO 7530-7:1992, 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. № 625-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 7530-7:1992 «Сплавы никелевые. Спектрометрический анализ методом атомной абсорбции в пламени. Часть 7. Определение содержания алюминия» (ISO 7530-7:1992 «Nickel alloys — Flame atomic absorption spectrometric analysis — Part 7: Determination of aluminium 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 (*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

Содержание

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ

Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени

Часть 7

Определение содержания алюминия

Nickel alloys. Flame atomic absorption spectrometric method. Part 7. Determination of aluminium content

Дата введения — 2018—04—01

1 Область применения

Стандарт устанавливает пламенный атомно-абсорбционный спектрометрический метод определения алюминия в никелевых сплавах. Метод применим для определения массовой доли алюминия в диапазоне от 0,2 % до 4 %. Типичный состав сплавов никеля приведен в ИСО 7530-1.

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 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 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, фильтруют и распыляют анализируемый раствор в динитрооксид-ацетиленовое пламя атомно-абсорбционного спектрометра. Сжигают фильтр с осадком, полученным после растворения навески в кислоте, и удаляют кремний в процессе обработки остатка фтористоводородной кислотой. Сплавляют остаток с пиросульфатом калия, плав растворяют в разбавленной кислоте и распыляют этот второй раствор в динитрооксид-ацетиленовое пламя атомно-абсорбционного спектрометра. Измеряют абсорбцию резонансной энергетической линии спектра алюминия и сравнивают со значением абсорбции градуировочных растворов, измеренной на длине волны 309,3 нм. Суммируют результаты, полученные при измерении обоих растворов.

---

* 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 ИСО 7530-1, требуются следующие специальные реактивы.

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

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 Калия пиросульфат ($K_2S_2O_7$), измельченный.

4.3 Калия хлорид (KCl), раствор

48 г хлорида калия помещают в стакан вместимостью 600 см^3, растворяют в 500 см^3 воды и переносят раствор в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3. Доводят до метки водой и перемешивают.

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

Взвешивают 1,000 г алюминия металлического (с точностью 0,001 мг) с массовой долей алюминия не менее 99,9 %. Помещают навеску в стакан вместимостью 400 см^3, добавляют маленькую каплю ртути и 30 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3), разбавленной 1:1. Нагревают содержимое стакана до полного растворения навески. Фильтруют раствор через неплотный бумажный фильтр диаметром 7 см в стакан вместимостью 400 см^3. Промывают фильтр 100 см^3 теплой воды. В фильтрат добавляют 85 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3), разбавленной 1:1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3. Доводят до метки водой, перемешивают и хранят в полиэтиленовом сосуде.

Предостережение — Ртуть высокотоксичный элемент и заметно испаряется. Ртуть должна храниться в прочных, герметично закрытых контейнерах. Жидкая ртуть должна переноситься таким способом, чтобы при ее разливе была предусмотрена возможность немедленного сбора ртути и тщательной очистки места разлива. Утилизация ртути должна проводиться в соответствии с нормативными документами.

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

100 см^3 стандартного раствора алюминия (4.4) отбирают пипеткой в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3, добавляют 90 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3). Раствор разбавляют примерно до 800 см^3 водой, охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают. Хранят раствор в полиэтиленовом сосуде.

5 Аппаратура

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

5.1 Пластиковые стаканы вместимостью (100 или 250) см^3, предпочтительно выполненные из политетрафторэтилена.

5.2 Платиновые тигли или чашки.

6 Отбор проб и пробоподготовка

Описание процедур приведено в разделе 6 ИСО 7530-1.

7 Проведение анализа

7.1 Навеска и приготовление анализируемого раствора

7.1.1 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: 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 реакции 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 Фильтрование и работа с фильтратом

Раствор разбавляют до 50 см^3 водой и фильтруют через беззольный бумажный фильтр средней плотности размером 11 см в стакан вместимостью 250 см^3. Промывают фильтр примерно 50 см^3 горячей воды, порциями по 10 см^3. Обрабатывают фильтрат согласно 7.1.3.1 или 7.1.3.2, в зависимости от предполагаемого содержания алюминия, и обрабатывают фильтр с осадком по 7.1.5.

7.1.3 Первичные разбавления

7.1.3.1 Исходное разбавление раствора при содержании алюминия в пробе от 0,2 % (масс.) до 0,25 % (масс.)

Выпаривают фильтрат, полученный по 7.1.2, примерно до 60 см^3 и охлаждают до комнатной температуры. Переносят раствор в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см^3 и добавляют 2,5 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3) и 4 см^3 раствора хлорида калия (4.3). Добавляют 4 см^3 азотной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}41$ г/см^3), охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

7.1.3.2 Исходное разбавление раствора при содержании алюминия в пробе от 0,25 % (масс.) до 4,0 % (масс.)

Выпаривают фильтрат, полученный по 7.1.2, примерно до 60 см^3 и охлаждают до комнатной температуры. Переносят раствор в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см^3, добавляют 2,5 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3), доводят до метки водой и перемешивают.

7.1.4 Вторичные разбавления

7.1.4.1 Вторичное разбавление при содержании алюминия в пробе от 0,25 % (масс.) до 1,0 % (масс.)

Отбирают пипеткой 20 см^3 раствора (7.1.3.2) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см^3. Добавляют 4 см^3 раствора хлорида калия (4.3) и 8 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3). Разбавляют раствор до 80 см^3 водой и добавляют 4 см^3 азотной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}41$ г/см^3), охлаждают раствор, доводят до метки водой и перемешивают.

7.1.4.2 Вторичное разбавление раствора при содержании алюминия в пробе от 1,0 % (масс.) до 2,0 % (масс.)

Отбирают пипеткой 10 см^3 раствора (7.1.3.2) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см^3. Добавляют 4 см^3 раствора хлорида калия (4.3) и 9 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3). Разбавляют раствор до 80 см^3 водой и добавляют 4 см^3 азотной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}41$ г/см^3), охлаждают раствор, доводят до метки водой и перемешивают.

7.1.4.3 Вторичное разбавление раствора при содержании алюминия в пробе от 2,0 % (масс.) до 4,0 % (масс.)

Отбирают пипеткой 5,0 см^3 раствора (7.1.3.2) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см^3. Добавляют 4 см^3 раствора хлорида калия (4.3) и 9,5 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3). Разбавляют раствор до 80 см^3 водой и добавляют 4 см^3 азотной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}41$ г/см^3), охлаждают раствор, доводят до метки водой и перемешивают.

7.1.5 Обработка фильтра с осадком

7.1.5.1 Помещают фильтр с осадком (7.1.2) в платиновый тигель или чашку (5.2), высушивают, обугливают и прокаливают до окисления углерода. Охлаждают озоленный остаток и добавляют к нему 0,25 см^3 серной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}83$ г/см^3), разбавленной 1:1, добавляют 1 см^3 фтористоводородной кислоты (4.1). Осторожно выпаривают досуха и сплавляют остаток с 1 г пиросульфата калия (4.2). Охлажденный плав растворяют в небольшом объеме воды, содержащей примерно 0,25 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3). Если необходимо, нагревают до полного выщелачивания.

7.1.5.2 Выщелаченный раствор переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см^3. Добавляют 10 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}18$ г/см^3). Разбавляют раствор водой и добавляют 4 см^3 азотной кислоты ($\rho_{20} \approx 1{,}41$ г/см^3), охлаждают раствор, доводят до метки водой и перемешивают. Далее продолжают, как указано в 7.4.1.

Примечание — В прокаленном остатке может присутствовать очень небольшое количество алюминия, обычно не превышающее 0,5 мг. Раствор этого остатка анализируют отдельно, и найденный алюминий добавляют к основному результату.

7.2 Холостой опыт

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

7.3 Градуировочные растворы алюминия

В пять мерных колб с одной меткой вместимостью 100 см^3, используя бюретку, вводят: 0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 и 25,0 см^3 стандартного раствора алюминия (4.5). Добавляют по 4 см^3 раствора хлорида калия

(4.3) и по 4 см^3 азотной кислоты ($\rho_{20} \approx 1,41$ г/см^3), добавляют соляную кислоту ($\rho_{20} \approx 1,18$ г/см^3) в таком количестве, с учетом ее содержания в стандартном растворе алюминия, чтобы ее концентрация в растворе соответствовала 10 % (объем.). Охлаждают раствор, доводят до метки водой и перемешивают. Эти градуировочные растворы соответствуют: 0; 5; 10; 15; 20; 25 мг/дм^3 алюминия.

Примечание — Важно, чтобы все градуировочные растворы имели одну и ту же концентрацию соляной кислоты. В нулевой раствор требуется добавлять 10 см^3 соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1,18$ г/см^3), а в последний раствор (25 мг/дм^3 алюминия), который уже содержит 2,5 см^3 соляной кислоты, требуется добавить 7,5 см^3.

7.4 Градуировочный график и определение

7.4.1 Атомно-абсорбционные измерения

Выполняют измерения на длине волны 309,3 нм, следуя описаниям п. 7.4.1 ИСО 7530-1 и используя динитрооксид-ацетиленовое пламя.

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

Определение выполняют по меньшей мере дважды.

8 Обработка результатов

8.1 Вычисления

Расчеты проводят в соответствии с п. 8.1 ИСО 7530-1, используя результаты атомно-абсорбционных измерений анализируемого раствора (см. 7.1.3.1 или 7.1.4) и раствора, полученного из озоленного остатка (см. 7.1.5.2). Суммируют результаты обоих измерений, выраженных в массовых долях алюминия.

8.2 Точность

8.2.1 Межлабораторные испытания

Шесть лабораторий из четырех стран участвовали в межлабораторном эксперименте и проводили испытания 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, в соответствии с описаниями в п. 8.2.2 ИСО 7530-1. Результаты этой обработки приведены в таблице 2.

8.2.2.2 Результаты одной лаборатории (образец 3920) были отклонены, как не удовлетворяющие критерию Кохрана. Результаты еще одной лаборатории (образец 7013) отклонены, как не удовлетворяющие критериям Кохрана и Диксона. Однако, результат, который не удовлетворяет критерию Кохрана, можно не исключать, если классифицировать его как статистическое рассеяние при менее критическом уровне испытания, в соответствии с ИСО 5725.

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

Т а б л и ц а 2 — Результаты статистической обработки

№ стандартного образца	Среднее содержание, % (масс.)	Внутрилабораторное стандартное отклонение	Межлабораторное стандартное отклонение	Повторяемость	Воспроизводимость
825	0,169	0,0052	0,0114	0,0147	0,0354
902	0,434	0,0045	0,0075	0,0127	0,0248
3920	0,146	0,0016	0,0039	0,0047	0,0121
3927	0,109	0,0032	0,0046	0,0091	0,0159
7013	1,51	0,0120	0,0046	0,0341	0,0365
7049	0,972	0,0087	0,0086	0,0245	0,0345

9 Протокол испытаний

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

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. Спектральный метод атомной абсорбции в пламени. Часть 1. Общие требования и растворение анализируемого образца»

* 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 В 39 ОКСТУ 0709

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

БЗ 8—2017/256

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

Сдано в набор 06.07.2017. Подписано в печать 11.07.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 24 экз. Зак. 1143.
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