ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 22725— 2014

СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ

Определение содержания тантала. Спектрометрический метод атомной эмиссии с индуктивно связанной плазмой

ISO 22725:2007
Nickel alloys — Determination of tantalum — Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method (IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина» на основе собственного аутентичного 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 11 июня 2014 г. № 650-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 22725:2007 «Сплавы никелевые. Определение содержания тантала. Спектрометрический метод атомной эмиссии с индуктивно связанной плазмой» (ISO 22725:2007 «Nickel alloys — Determination of tantalum — Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method»).

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, 2015

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 3
6 Отбор проб и подготовка образцов 3
7 Проведение анализа 4
8 Обработка результатов 5
9 Протокол испытаний 7
Приложение А (обязательное) Проверка эксплуатационных параметров ИСП-прибора 8
Приложение В (справочное) Примечания к программе испытаний 9
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам 10

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ

Определение содержания тантала. Спектрометрический метод атомной эмиссии с индуктивно связанной плазмой

Nickel alloys. Determination of tantalum.
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод атомно-эмиссионной спектрометрии с возбуждением спектра индуктивно связанной плазмой.

Метод применим для определения массовой доли тантала в никелевых сплавах в диапазоне от 0,1 % до 5 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ИСО 648:2008 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой (ISO 648:2008, Laboratory glassware — Single-volume pipettes)

ИСО 1042:1998 Посуда лабораторная стеклянная. Колбы мерные с одной меткой (ISO 1042:1998, Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks)

ИСО 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний (ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods)

ИСО 5725-1:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения (ISO 5725-1:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions)

ИСО 5725-2:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения (ISO 5725-2:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method)

ИСО 5725-3:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерения (ISO 5725-3:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method)

ИСО 14284:1996 Сталь и чугун. Отбор и подготовка образцов для определения химического состава (ISO 14284:1996, Steel and iron — Sampling and preparation of samples for the determination of chemical composition)

3 Сущность метода

Настоящий метод основан на растворении аналитической навески в смеси фтористоводородной, соляной, азотной, ортофосфорной кислот и отгонки паров после добавления хлорной кислоты. Затем добавляют фтористоводородную кислоту, а также, если нужно, элемент внутреннего стандарта и разбавляют раствор до нужного объема. Раствор распыляют в индуктивно связанную плазму атомно-

Издание официальное

эмиссионного спектрометра и измеряют интенсивности излучения тантала и одновременно элемента внутреннего стандарта, если такой элемент вводят.

Например, аналитическая линия тантала показана в таблице 1.

Метод градуировки основан на очень близком соответствии градуировочных растворов по матрице анализируемым образцам, а массовые доли тантала в ограничивающих градуировочных растворах должны находиться приблизительно в пределах 0,75 % и 1,25 % от содержания тантала в анализируемом образце. Поэтому концентрация всех элементов в образце должна быть приблизительно известна. Если такой информации нет, образец следует проанализировать полуколичественным методом. Преимущество этой процедуры в том, что возможные влияния матричных элементов будут автоматически компенсированы, в результате чего повышается точность определения. Это особенно важно для учета межэлементных влияний, которые могут быть значительными при анализе высоколегированных сплавов. Все возможные влияния следует снижать до минимального уровня. Поэтому важно, чтобы используемый спектрометр удовлетворял установленным инструментальным критериям метода для выбранных аналитических линий. Линия, соответствующая 240,06 нм, должна быть тщательно исследована. Если используют другие линии, они также должны быть тщательно проверены. Аналитическая линия для внутреннего стандарта также должна быть тщательно выбрана. Рекомендуется использовать линию скандия 363,07 нм. Эта линия свободна от влияний элементов при их содержаниях, обычных для никелевых сплавов.

Таблица 1 — Пример аналитической линии для тантала

Элемент	Аналитическая линия, нм	Мешающие элементы
Тантал	240,06	Fe, Hf

Примечание — Использование внутреннего стандарта несущественно, т. к. не обнаружено отличий в результатах, полученных лабораториями, работавшими с внутренним стандартом или без него.

4 Реактивы

При проведении анализа, если не указано иное, используют реактивы только установленной аналитической степени чистоты и только воду 2-ой степени чистоты по ИСО 3696.

4.1 Фтористоводородная кислота, с массовой долей 40 %, плотностью $\rho \approx 1{,}14$ г/см^3 или с массовой долей 50 % и плотностью $\rho \approx 1{,}17$ г/см^3.

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Фтористоводородная кислота обладает крайне раздражающим действием, разъедающим кожу и слизистые оболочки, провоцирует некоторые кожные заболевания, которые медленно излечиваются. В случае контакта с кожей пораженное место необходимо очень хорошо промыть водой, обработать гелем, содержащим 2,5 % (масс) глюконата кальция, и немедленно обратиться за медицинской помощью.

4.2 Хлористоводородная кислота (HCl), плотностью $\rho \approx 1{,}19$ г/см^3.

4.3 Азотная кислота (HNO_3), плотностью $\rho \approx 1{,}40$ г/см^3.

4.4 Ортофосфорная кислота (H_3PO_4), плотностью $\rho \approx 1{,}70$ г/см^3.

4.5 Хлорная кислота ($HClO_4$), с массовой долей 60 %, плотностью $\rho \approx 1{,}54$ г/см^3 или с массовой долей 70 % и плотностью $\rho \approx 1{,}67$ г/см^3.

4.6 Раствор внутреннего стандарта, 100 мг/дм^3

Выбирают подходящий элемент в качестве внутреннего стандарта и готовят раствор с концентрацией 100 мг/дм^3.

4.7 Стандартный раствор тантала, 10 г/дм^3

Взвешивают 1 г высокочистого тантала (не менее 99,9 % по массовой доле) с точностью до 0,0005 г, помещают его в стакан и растворяют в смеси, состоящей из 10 см^3 фтористоводородной кислоты (4.1) и 10 см^3 азотной кислоты (4.3). Раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см^3. Разбавляют до метки водой и перемешивают.

Этот раствор содержит 10 мг/см^3 тантала.

4.8 Стандартный раствор тантала, 1 г/дм^3

Взвешивают 0,1 г высокочистого тантала (не менее 99,9 % по массовой доле) с точностью до 0,0005 г, помещают навеску в стакан и растворяют ее в смеси, состоящей из 10 см^3 фтористоводо-

родной кислоты (4.1) и 10 см^3 азотной кислоты (4.3). Раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см^3. Разбавляют до метки водой и перемешивают.

Этот раствор содержит 1 мг/см^3 тантала.

4.9 Стандартный раствор тантала, 100 мг/дм^3

10 см^3 стандартного раствора тантала (4.8) переносят при помощи градуированной пипетки (или бюретки) в мерную колбу с одной меткой. Добавляют 10 см^3 фтористоводородной кислоты (4.1) и 10 см^3 азотной кислоты (4.3). Раствор разбавляют до метки водой и перемешивают.

Этот раствор содержит 0,1 мг/см^3 тантала.

4.10 Стандартные растворы мешающих элементов

Стандартные растворы готовят для каждого элемента, массовая доля которого в анализируемом образце превышает 1 %. Для приготовления растворов используют чистые металлы или химические вещества, массовая доля тантала в которых менее 10 мкг/г.

5 Аппаратура

Вся мерная стеклянная посуда должна быть класса А и калибрована в соответствии с ИСО 648 или ИСО 1042 в зависимости от предназначения.

Используют обычное лабораторное оборудование, а также следующую аппаратуру.

5.1 Стаканы из политетрафторэтилена (PTFE) или из перфторалкокси-сополимера (PFA) с графитовой подложкой.

5.2 Мерные колбы из полипропилена вместимостью 100 см^3 в соответствии с ИСО 1042.

5.3 Атомно-эмиссионный спектрометр (АЭС)

Спектрометр должен иметь в качестве источника возбуждения индуктивно связанную плазму (ИСП) и систему распыления, устойчивую к фтористоводородной кислоте. Спектрометр ИСП-АЭС считается пригодным, если после оптимизации параметров по 7.3 будет удовлетворять инструментальным критериям, изложенным в нижеследующих подпунктах.

Спектрометр может быть одновременного или последовательного действия. Если спектрометр последовательного действия оборудован устройством для одновременного измерения линии внутреннего стандарта, при измерениях можно использовать метод с применением внутреннего стандарта. Если спектрометр последовательного действия не оборудован таким устройством, внутренний стандарт не может быть использован, и применяют альтернативный метод без использования внутреннего стандарта.

5.3.1 Практическое разрешение спектрометра с последовательным действием

Рассчитывают ширину полосы (за полную ширину принимают ширину полосы на половине максимума высоты) в соответствии с А.2 приложения А для используемой аналитической линии, включая линию внутреннего стандарта. Ширина полосы должна быть менее 0,030 нм.

5.3.2 Минимальная кратковременная стабильность

Рассчитывают стандартное отклонение десяти измерений абсолютной интенсивности или отношения интенсивностей, соответствующих танталу и внутреннему стандарту, с использованием наиболее концентрированного градуировочного раствора тантала в соответствии с А.3 приложения А. Относительное стандартное отклонение не должно превышать 0,4 %.

5.3.3 Концентрация, эквивалентная фоновому излучению

Рассчитывают концентрацию, эквивалентную фону (КЭФ), в соответствии с А.4 приложения А для спектральной аналитической линии, используя раствор, содержащий только анализируемый элемент. Максимальные значения КЭФ не должны превышать 0,8 мг/дм^3.

6 Отбор проб и подготовка образцов

6.1 Отбор проб и подготовка лабораторных образцов должны быть выполнены по соглашению сторон, а в случае разногласий сторон — по подходящему стандарту.

6.2 Лабораторный образец обычно готовят в виде фрезерной или сверлильной стружки без дополнительной механической обработки.

6.3 Лабораторный образец должен быть чистым, промытым в чистом ацетоне и высушенным на воздухе.

6.4 Если для приготовления лабораторного образца использованы инструменты, изготовленные с применением твердой пайки, образец должен быть обработан 15 % (по массовой доле) азотной кислотой в течение нескольких минут, затем несколько раз промыт в дистиллированной воде, потом в ацетоне и высушен на воздухе.

7 Проведение анализа

7.1 Аналитическая навеска

Взвешивают 0,25 г анализируемого образца с точностью до 0,0005 г.

7.2 Приготовление анализируемого раствора T_{Ta}

При использовании фтористоводородной кислоты HF (4.1) растворение следует проводить в стаканах из PTFE или из PFA с графитовой подложкой.

7.2.1 Аналитическую навеску помещают в стакан из PTFE или из PFA с графитовой подложкой.

7.2.2 К навеске добавляют 5 см^3 HF (4.1), 30 см^3 HCl (4.2) и 3 см^3 HNO_3 (4.3). Растворение образца продолжают при комнатной температуре в течение ночи. После этого добавляют 2,5 см^3 H_3PO_4 (4.4). Если необходимо, стакан нагревают до полного растворения навески. Добавляют 7,5 см^3 $HClO_4$ (4.5) и нагревают до появления паров хлорной кислоты. Выпаривание продолжают в течение 2–3 мин.

Примечание — Вместо 2,5 см^3 H_3PO_4 (4.4) и 7,5 см^3 $HClO_4$ (4.5) можно также добавлять 5 см^3 H_3PO_4 (4.4) и 5 см^3 $HClO_4$ (4.5).

7.2.3 Раствор охлаждают и добавляют 10 см^3 воды для растворения солей. Небольшой остаток может не раствориться. В этом случае добавляют 2 см^3 HF (4.1) и осторожно нагревают примерно 20 мин до полного растворения осадка.

Примечание — Способ альтернативного растворения по 7.2.2 и 7.2.3 может быть следующим: добавляют 30 см^3 HCl (4.2), 3 см^3 HNO_3 (4.3) и 5 см^3 H_3PO_4 (4.4) или 20 см^3 HCl (4.2), 10 см^3 HNO_3 (4.3) и 5 см^3 H_3PO_4 (4.4). Начинают растворение при комнатной температуре. Если необходимо, раствор нагревают до полного растворения остатка. Добавляют 2 см^3 HF (4.1) и 5 см^3 серной кислоты (H_2SO_4, $\rho \approx 1{,}84$ г/см^3) и нагревают до появления паров серной кислоты. Раствор охлаждают и добавляют 10 см^3 воды для растворения солей. Осторожно нагревают до полного растворения остатка.

7.2.4 Раствор охлаждают до комнатной температуры и количественно переносят его в мерную колбу из полипропилена вместимостью 100 см^3. При использовании внутреннего стандарта добавляют градуированной пипеткой 10 см^3 раствора внутреннего стандарта (4.6).

7.2.5 Раствор разбавляют до метки водой и перемешивают. Измерения производят настолько быстро, насколько это возможно.

7.3 Оптимизация спектрометра

7.3.1 Для стабилизации прибор ИСП/АЭС включают по меньшей мере за 30 мин до начала любых измерений.

7.3.2 Оптимизацию параметров прибора проводят в соответствии с инструкциями производителя.

7.3.3 Устанавливают программу для измерения интенсивности, ее среднего значения и относительного стандартного отклонения на выбранных аналитических линиях.

7.3.4 При использовании внутреннего стандарта устанавливают программу с возможностью расчета отношения значения интенсивности аналита к значению интенсивности внутреннего стандарта. Интенсивность внутреннего стандарта должна измеряться одновременно с интенсивностью аналита.

7.3.5 Проверяют инструментальные характеристики прибора на соответствие требованиям, изложенным в 5.3.1–5.3.3.

7.4 Предварительная оценка анализируемого раствора

Готовят градуировочный раствор K_x с матрицей, подобной раствору анализируемого образца, как указано ниже.

7.4.1 Используя градуировочную пипетку (или бюретку) и мерную колбу вместимостью 100 см^3 из полипропилена (5.2), маркированную K_x, готовят градуировочный раствор K_x, соответствующий оцененной массовой доле тантала в образце в процентах, как указано в таблице 2.

Таблица 2 — Предварительная оценка анализируемого раствора

Предполагаемый диапазон массовых долей тантала, %	Массовая доля тантала ($К_х$), %	Обозначение $К_х$	Стандартный раствор тантала	Объем стандартного раствора, $см^3$
0,10–1,0	1,0	$К_1$	4.8	2,5
1,0–5,0	5,0	$К_5$	4.8	12,5

7.4.2 В мерную колбу, маркированную $К_х$, добавляют стандартные растворы (4.10) в объемах, необходимых для создания матрицы, подобной раствору анализируемого образца, по каждому элементу, массовая доля которого превышает 1 %. Точность соответствия матрице должна быть в пределах процента.

7.4.3 Далее в колбу добавляют 2,5 $см^3$ H_3PO_4 (4.4), 7,5 $см^3$ $HClO_4$ (4.5) и 10 $см^3$ раствора внутреннего стандарта (4.6). Разбавляют водой до метки и перемешивают.

7.4.4 Готовят нулевой раствор $К_0$ таким же способом, как и градуировочный раствор $К_х$, т. е. вводят все ингредиенты за исключением тантала.

7.4.5 Измеряют абсолютные интенсивности (I_0 и $I_х$) растворов $К_0$ и $К_х$.

7.4.6 Измеряют абсолютную интенсивность I_{TTa} анализируемого раствора $Т_{Ta}$.

7.4.7 Рассчитывают приблизительное значение массовой доли тантала w_{TTa} в процентах в анализируемом растворе по следующему уравнению

$$w_{TTa} = I_{TTa}\,(w_х - w_0)/I_х - I_0.$$

7.5 Приготовление градуировочных растворов $К_{i,Ta}$ и $К_{h,Ta}$ в качестве ограничивающих

Для каждого анализируемого раствора $Т_{Ta}$ готовят два близких по матрице градуировочных раствора $К_{i,Ta}$ и $К_{h,Ta}$ с содержанием тантала в $К_{i,Ta}$ немного меньше, чем в анализируемом растворе, а в $К_{h,Ta}$ немного больше. Эти градуировочные растворы готовят следующим образом.

7.5.1 Вносят стандартный раствор тантала (4.8 или 4.9) градуированной пипеткой или бюреткой в стакан из PTFE или из PFA, маркируя его $К_{i,Ta}$, в таком количестве, чтобы массовая доля тантала $w_{i,Ta}$ в процентах приблизительно была в пределах $К_{TTa} \times 0{,}75 < К_{i,Ta} < К_{TTa} \times 0{,}95$. $К_{i,Ta}$ выбирают так, чтобы объем раствора можно было легко отобрать градуированной пипеткой.

7.5.2 Вносят стандартный раствор тантала (4.8 или 4.9) градуированной пипеткой или бюреткой в стакан из PTFE или из PFA, маркируя его $К_{h,Ta}$, в таком количестве, чтобы массовая доля $w_{h,Ta}$ в процентах была приблизительно в пределах $К_{TTa} \times 1{,}05 < К_{h,Ta} < К_{TTa} \times 1{,}25$. $К_{h,Ta}$ выбирают так, чтобы объем раствора можно было легко отобрать градуированной пипеткой.

7.5.3 К градуировочным растворам $К_{i,Ta}$ и $К_{h,Ta}$ добавляют все матричные элементы, используя подходящие количества стандартных растворов (4.10), массовая доля которых в растворе анализируемого образца выше 1 %. Точность соответствия вводимых матричных элементов по массовой доле должна быть не менее 1 %.

7.5.4 Далее продолжают процедуры в соответствии с 7.2.2 до 7.2 5.

7.6 Измерение анализируемых растворов

Сначала измеряют абсолютную или относительную интенсивность аналитической линии градуировочного раствора $К_{i,Ta}$ с наименьшим содержанием тантала, затем анализируемого раствора $Т_{Ta}$ и после этого измеряют интенсивность градуировочного раствора $К_{h,Ta}$ с более высоким содержанием тантала. Повторяют это чередование три раза, рассчитывают среднее значение интенсивности $I_{i,Ta}$ и $I_{h,Ta}$ для нижнего и верхнего градуировочного раствора соответственно и I_{TTa} для анализируемого раствора.

8 Обработка результатов

8.1 Метод расчета

Массовую долю тантала в процентах w_{Ta} в анализируемом растворе $Т_{Ta}$ рассчитывают по уравнению

$$w_{Ta} = w_{i,\,Ta} + (I_{Ta} - I_{i,Ta})(w_{h,Ta} - w_{i,Ta})/I_{h,Ta} - I_{i,Ta}.$$

8.2 Прецизионность

8.2.1 Лабораторные испытания

Десять лабораторий из семи стран, участвовавших в программе межлабораторных испытаний под руководством ISO/TC 155/SC 3/WG 8, выполняли по три определения тантала для восьми уровней содержаний. Каждая лаборатория выполняла по два определения в условиях сходимости в соответствии с ИСО 5725-1, т. е. один исполнитель, одна и та же аппаратура, идентичные условия анализа, один и тот же градуировочный график и минимальный промежуток времени. Третье определение выполнялось на другой день с использованием той же аппаратуры, но с другим градуировочным графиком.

8.2.2 Длина волны, выбранная для измерений

Длина волны, выбранная для измерений, обработанных статистически, для всех лабораторий, участвовавших в работе, была одна и та же — 240,06 нм. Не найдено существенной разницы между результатами лабораторий, работавшими с внутренним стандартом или без него.

8.2.3 Статистический анализ

Статистический анализ был проведен в соответствии с ИСО 5725-1, ИСО 5725-2 и ИСО 5725-3. Результаты одной лаборатории были забракованы как неприемлемые. Статистическая оценка также показала, что характеристики метода не были достаточно удовлетворительными для содержаний тантала менее 0,1 % на нижней границе диапазона и выше 5 % на верхней.

При оценке результатов был использован метод расчета с применением способа сглаживания величин для предела сходимости r, внутрилабораторной воспроизводимости R_w и межлабораторной воспроизводимости R. Для содержаний тантала в пределах массовых долей от 0,1 % до 5 % данные представлены в таблице 3.

Таблица 3 — Пределы повторяемости и воспроизводимости

Массовая доля тантала, %	Предел повторяемости r	Предел внутрилабораторной восроизводимости R_w	Предел межлабораторной воспроизводимости R
0,1	0,0014	0,0046	0,0113
0,2	0,0028	0,0082	0,0203
0,5	0,0070	0,0175	0,0441
1,0	0,0139	0,0313	0,0794
2,0	0,0276	0,0557	0,1428
5,0	0,0684	0,1197	0,3103

8.3 Правильность

Найденные значения массовых долей тантала в анализируемых образцах (см. приложение В) представлены в таблице 4, где приведены установленные значения содержания тантала для этих образцов. Две из установленных величин аттестованы. Сравнивая найденные и установленные значения содержаний тантала в образцах, можно сделать вывод об удовлетворительной правильности полученных результатов.

Таблица 4 — Оценка правильности

Номер образца	Обозначение	Принятое значение, массовая доля, %	Найденное значение, массовая доля, %
8-1-Ta[a]	ETI 569[b]	0,0020	0,0090
8-2-Ta	ETI 673[b]	0,141	0,1388
8-3-Ta	МВН 211X11224	0,316	0,3209
8-4-Ta	ETI 596[b]	1,19	1,2312
8-5-Ta	ETI 597[b]	2,30	2,3686

Окончание таблицы 4

Номер образца	Обозначение	Принятое значение, массовая доля, %	Найденное значение, массовая доля, %
8-6-Ta	МВН 219Х1867	3,41	3,4601
8-7-Ta[a]	ETI 2042[b]	7,92	7,9862
8-8-Ta[a]	ETI 1868[b]	8,89	8,9218
[a] Образцы с неудовлетворительными данными прецизионности. [b] Неаттестованное значение.			

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- всю информацию, необходимую для идентификации образца, лаборатории и данные анализов или отчет об испытаниях;
- ссылку на метод приведенный в настоящем стандарте;
- результаты испытаний и единицы, в которых они выражены;
- любые необычные явления, имевшие место в процессе определения;
- любые дополнительные операции, способные повлиять на результаты испытаний.

Приложение А
(обязательное)

Проверка эксплуатационных параметров ИСП-прибора

А.1 Введение

При проверке параметров ИСП прибора были частично использованы документы ISO/TC 47 и ISO/TC 155.

А.2 Разрешающая сила спектрометра

Разрешение спектрометра можно определять как разность длин волн, $\Delta\lambda$, между двумя спектральными линиями, которые все еще можно наблюдать отдельно. Практически параметр FWHM (полная ширина полосы на половине максимума высоты) используется как мера разрешения.

Теоретически разрешение должно иметь такой же порядок, как ширина физической линии спектра в оптико-эмиссионной спектрометрии (ОЭС) с индуктивно связанной плазмой, от 2 пм до 5 пм (1 пикометр равен 10^{-12} м). Практически, однако, наблюдаемая ширина эмиссионных линий спектра и, следовательно, разрешение часто определяются шириной полосы спектральных линий (r_{bp}) используемого спектрометра. Если помехами, появляющимися в результате аберраций, можно пренебречь, то ширину полосы можно представить уравнением

$$r_{bp} = \text{LMH} = (d\lambda/dx)(b_i + b_0)/2,$$

где b_i и b_0 — ширина входной и выходной щели спектрометра соответственно;

$d\lambda/dx$ — соответствие (эквивалент, обратная) линейной дисперсии, которая дана уравнением

$$d\lambda/dx = d(\cos\beta)/nL,$$

L — фокусное расстояние спектрометра;

n — порядок спектральной линии;

d — эквивалент (обратная) плотности штрихов в решетке;

β — угол дифракции (отражения).

В обычных промышленных спектрометрах разрешение находится в пределах от 4 до 30 пм. Хорошее разрешение имеет очень важное значение для устранения спектральных помех, которые часто наблюдаются в методе ИСП/ОЭС. Поскольку линия с длиной волны второго порядка будет иметь тот же угол дифракции β, как и линия с длиной волны 2λ первого порядка, спектрометр должен иметь либо возможность для сортировки порядка линий, либо оптический фильтр, чтобы исключить влияние от частичного перекрывания линиями других порядков.

А.3 Оценка краткосрочной и долгосрочной стабильности

Оценка краткосрочной стабильности заключается в измерении стандартного отклонения повторяемости на ИСП-спектрометре. Серию из 10 последовательных измерений интенсивности (наиболее концентрированного) многоэлементного градуировочного раствора выполняют, задавая обычное интегральное время системы. Рассчитывают среднюю интенсивность I_{cp} и стандартное отклонение S_I десяти измерений, а также относительное стандартное отклонение RSD_I в соответствии с уравнением

$$\text{RSD}_I = (S_I/I_{cp}) \times 100.$$

В методе ИСП/АЭС для растворов с концентрацией, по меньшей мере двукратной по сравнению с BEC (фоном), значения RSD, находящиеся между 0,3 % и 1,0 %, являются общепринятыми. Многоэлементные градуировочные растворы можно использовать для измерения различных аналитических линий, присутствующих в оптической системе одновременного действия.

Оценка долгосрочной стабильности это, по сути, измерение инструментального дрейфа. Она требуется только, если ИСП спектрометр не работает в течение длительного времени. Эти испытания выполняются так же, как и для оценки кратковременной стабильности, но со специальными интервалами времени от 15 мин до 1 ч и с последующим построением графика зависимости отклонения каждого найденного значения кратковременной стабильности от ее среднего значения относительно времени. Отклонения более 2 % в час не приемлемы. Если прибор не способен работать лучше, то в течение анализа следует контролировать процесс, чаще измеряя градуировочные растворы, а средние значения результатов анализа растворов исследуемого образца должны быть рекалиброваны интерполяцией при порядке измерения их интенсивности между двумя «ограничивающими» контрольными градуировочными растворами.

А.4 Оценка эквивалента фоновой концентрации (BEC)

Эквивалент фоновой концентрации BEC используют как меру инструментальной чувствительности. Аналитический сигнал измеряют обычно на относительно высоком уровне фона, и интенсивность фона является составляющей сигнала лучше, если это делается по собственной чувствительности. Ее рассчитывают следующим образом:

$$\text{BEC} = (I_{BG}/I_{net}) \times c_A,$$

где I_{BG} — интенсивность фона;

I_{net} — интенсивность аналита (общая интенсивность за вычетом интенсивности фона);

c_A — концентрация аналита, которая дает значение интенсивности, равной I_{net}.

Значения BEC для анализируемых элементов могут быть найдены в таблицах длин волн (обычно имеются в программном обеспечении прибора). Их наименьшая числовая величина должна быть меньше BEC.

Приложение В
(справочное)

Примечания к программе испытаний

В.1 Химический состав образцов, использованных в программе испытаний

Химический состав образцов (в процентах массовых долей), использованных в программе испытаний, представлен в таблице В.1. Для программы испытаний образцы промаркированы от 8-1-Та до 8-8-Та. Значения массовых долей всех элементов, за исключением Та, даны приблизительно.

Таблица В.1 — Химический состав анализируемых образцов

Значения в массовых долях, %

№ образца	Ta	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	W	Al	Co	Ti	Fe	Nb	Zr
ETI 569	0,020	0,06	0,04	2,2	56	17	—	—	—	18	2,4	4,7	—	—
BCS 673	0,141	0,05	0,25	0,10	51	18	2,2	0,06	0,40	0,30	1,3	20	6,0	—
MBH 211 X 11224	0,316	0,02	0,25	0,09	70	14	4,0	—	6,0	0,30	1,3	0,50	2,9	0,10
ETI 596	1,19	0,12	—	—	66	19	1,3	3,6	—	7,5	—	—	1,2	—
ETI 597	2,30	0,15	0,20	0,08	66	16	2,6	2,3	—	10	—	0,30	0,60	—
MBH 219 X 1867	3,41	0,12	0,15	0,20	59	7,2	6,0	0,60	7,9	11	2,5	1,8	0,10	0,50
ETI 2042	7,92	<0,01	—	—	65	7,4	1,9	5,4	5,0	6,5	1,2	—	—	—
ETI 1868	8,89	<0,01	0,10	—	68	7,9	—	9,9	5,4	—	—	—	—	—

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным 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, межгосударственного стандарта
ИСО 385-1:1984	MOD	ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1–84) «Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования»
ИСО 648:1977	MOD	ГОСТ 29169—91 (ИСО 648–77) «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой»
ИСО 1042:1998	—	*
ИСО 3696:1987	—	*
ИСО 5725-1:1994	IDT	ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения»
ИСО 5725-2:1994	IDT	ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений»
ИСО 5725-3:1994	IDT	ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений»
ИСО 14284:1996	IDT	ГОСТ Р ИСО 14284—2009 «Сталь и чугун. Отбор и подготовка образцов для определения химического состава»

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированные стандарты.

УДК 669.14:620.2:006.354 ОКС 77.120.40

Ключевые слова: сплавы никелевые, определение содержания тантала, метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Редактор *А.В. Барандеев*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Е.Е. Кругова*

Сдано в набор 09.09.2015. Подписано в печать 16.09.2015. Формат 60 ×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,40. Тираж 32 экз. Зак. 2981.

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

gost.e-ecolog.ru