ГОСТ Р 51056—97

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОЛЬФРАМА И МОЛИБДЕНА

Издание официальное

БЗ 1—97/21

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом ТК 145 «Методы контроля металлопродукции»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 2 июня 1997 г. № 203

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1997

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 2
4 Аппаратура, реактивы, растворы 2
5 Подготовка к проведению анализа 4
6 Проведение анализа 6
7 Обработка результатов 7

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СТАЛИ ЛЕГИРОВАННЫЕ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫЕ

Атомно-эмиссионный спектральный метод определения вольфрама и молибдена

Alloyed and high-alloyed steels.
Atomic emission spectrometry method for determination of tungsten and molybdenum

Дата введения 1998—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает атомно-эмиссионный (с возбуждением в индуктивно-связанной плазме) метод определения массовой доли молибдена и вольфрама в легированных и высоколегированных сталях в диапазоне 0,01—5,0 %.

Метод основан на измерении интенсивности эмиссии атомов вольфрама и молибдена при введении раствора образца в источник возбуждения.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—75 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 12349—83 Стали легированные и высоколегированные. Методы определения вольфрама

ГОСТ 13610—79 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия

ГОСТ 18289—78 Натрий вольфрамовокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 28473—90 Чугун, сталь, ферросплавы, хром, марганец металлические. Общие требования к методам анализа

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

4 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Стандартная спектрометрическая установка, состоящая из спектрометра (многоканального или сканирующего последовательного), штатива возбуждения, высокочастотного генератора, измерительной электронной системы и компьютера.

Аргон по ГОСТ 10157.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и раствор 1:9.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и раствор 1:1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Смесь кислот: 300 $см^3$ дистиллированной воды, 150 $см^3$ ортофосфорной кислоты, 150 $см^3$ азотной кислоты и 300 $см^3$ соляной кислоты осторожно перемешать.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610.

Молибден металлический марки МЧВП.

Стандартные растворы молибдена:

Раствор № 1. 1 г металлического молибдена растворяют в 20 $см^3$ азотной кислоты (1:1) и 20 $см^3$ серной кислоты (1:1). Раствор выпаривают до паров серной кислоты, добавляют 100 $см^3$ воды и нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят до метки водой

и перемешивают. Стандартный раствор № 1 содержит в 1 $см^3$ 1 мг молибдена.

Раствор № 2. 10 $см^3$ стандартного раствора № 1 переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор № 2 содержит в 1 $см^3$ 100 мкг молибдена.

Натрий вольфрамовокислый 2-водный по ГОСТ 18289.

Стандартные растворы вольфрама:

Раствор № 3. 1,7942 г вольфрамовокислого натрия растворяют в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$ в небольшом количестве воды, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор № 3 содержит в 1 $см^3$ 1 мг вольфрама. Титр полученного раствора устанавливают гравиметрическим методом по ГОСТ 12349.

Раствор № 4. 10 $см^3$ раствора № 3 переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор № 4 содержит в 1 $см^3$ 100 мкг вольфрама.

Раствор № 5. В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят указанные в таблице 1 объемы стандартных растворов № 1 и 3, раствором соляной кислоты (1:9) доводят до метки и перемешивают. Стандартный раствор № 5 содержит в 1 $см^3$ по 10 мкг вольфрама и молибдена.

Таблица 1 — Состав растворов для проведения контроля стабильности градуировочных характеристик

Рекалибровочные растворы	Диапазоны определения вольфрама и молибдена, %	Стандартные растворы		Массовые доли вольфрама и молибдена в рекалибровочных растворах,	
		№	Объем, $см^3$	мкг/$см^3$	%
А и стандартный раствор № 5	От 0,01 до 1,0 включ.	1 3	1,0 1,0	10,0 10,0	1,00 1,00
Б	От 0,01 до 1,0 включ.	2 4	0,5 0,5	0,5 0,5	0,050 0,050
В и стандартный раствор № 5	От 1,0 до 5,0 включ.	1 3	1,0 1,0	10,0 10,0	10,0 10,0
Г	От 1,0 до 5,0 включ.	2 4	0,5 0,5	0,5 0,5	0,50 0,50

5 ПОДГОТОВКА К ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗА

5.1 Подготовку прибора к проведению измерений проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации и обслуживанию. Инструментальные параметры прибора и расходы потоков аргона устанавливают в пределах, обеспечивающих максимальную чувствительность определения вольфрама и молибдена.

5.2 Установление градуировочных характеристик проводят по раствору № 5 и раствору соляной кислоты (1:9). Для каждого раствора выполняют не менее пяти измерений интенсивностей вольфрама (по аналитической линии с длиной волны 207,91 или 218,94 нм) и молибдена (по аналитической линии с длиной волны 202,03 или 203,84 нм). По средним значениям интенсивностей вычисляют параметры градуировочных характеристик. При определении градуировочных характеристик массовые доли вольфрама и молибдена выражают в процентах в соответствии со значениями, приведенными в таблице 1. Параметры градуировочных характеристик записывают в память компьютера.

Допускается использование других аналитических линий, если они обеспечивают определение массовых долей вольфрама и молибдена в требуемом диапазоне с точностью, установленной настоящим стандартом.

Допускается использование других методов определения параметров градуировочных характеристик, если это предусмотрено математическим обеспечением спектрометрической установки.

5.3 При анализе сталей с массовыми долями вольфрама и молибдена от 0,01 до 1,0 % навеску пробы массой 0,1000 г помещают в стакан вместимостью 150 $см^3$, добавляют 30 $см^3$ свежеприготовленной смеси кислот, накрывают часовым стеклом и нагревают до полного растворения навески. Раствор охлаждают, обмывают стенки стакана и часовое стекло дистиллированной водой, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученный раствор содержит в 1 $см^3$ 1 мг навески образца стали.

При анализе сталей с массовыми долями вольфрама и молибдена в диапазоне от 1,0 до 5,0 % в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят 5 $см^3$ полученного раствора, доводят раствором хлористово-

дородной кислоты (1:9) до метки и перемешивают. Полученный таким образом раствор содержит 100 мкг навески образца в 1 $см^3$.

Допускают применение других способов растворения навесок сталей, обеспечивающих полное разложение пробы и не требующих внесения изменений в дальнейшие стадии анализа.

5.4 Растворение навески государственного стандартного образца (ГСО), близкого по химическому составу к анализируемым пробам, проводят в соответствии с 5.3.

5.5 Параллельно с растворением образца, выполняя все операции методики и используя те же количества реагентов, проводят контрольный опыт для учета содержания вольфрама и молибдена в реактивах.

5.6 Приготовление растворов, используемых для контроля стабильности градуировочных характеристик

5.6.1 Две навески железа, массой 0,09 г каждая, помещают в два стакана, растворяют по 5.3 и переводят в мерные колбы вместимостью по 100 $см^3$. Туда же вводят указанные в таблице 1 объемы стандартных растворов (№ 1, 3 и 2, 4), доводят водой до метки и перемешивают. Полученные таким образом растворы А и Б (рекалибровочные растворы) используют для контроля стабильности градуировочных характеристик при анализе сталей с массовой долей вольфрама и молибдена в диапазоне от 0,010 до 1,00 %.

5.6.2 В две мерные колбы вместимостью по 100 $см^3$ вносят по 10 $см^3$ раствора контрольного опыта и указанные в таблице 1 объемы стандартных растворов (№ 1, 3 и 2, 4), доводят раствором соляной кислоты (1:9) до метки и перемешивают. Таким образом получают рекалибровочные растворы В и Г, которые используют для контроля стабильности градуировочных характеристик при анализе сталей с массовой долей вольфрама и молибдена в диапазоне от 1,0 до 5,0 %.

Рекалибровочные растворы готовят с каждой партией анализируемых образцов.

Для подготовки всей серии растворов анализируемых образцов, ГСО, контрольного опыта и рекалибровочных растворов используют реактивы из одной партии.

6 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1 Контроль стабильности градуировочных характеристик (рекалибровку) проводят перед началом измерений в соответствии с математическим обеспечением прибора. Для контроля стабильности по верхней границе диапазона используют рекалибровочные растворы А и В, а по нижней соответственно рекалибровочные растворы Б и Г при анализе сталей с массовыми долями вольфрама и молибдена, указанными в таблице 1. С этой целью проводят 3—5 измерений интенсивностей вольфрама и молибдена по выбранным аналитическим линиям, распыляя в плазму соответствующий рекалибровочный раствор.

Допускают применять другие способы контроля стабильности градуировочных характеристик, предусмотренные математическим обеспечением спектрометрической установки.

6.2 Контроль правильности результатов анализа проводят измерением массовой доли вольфрама и молибдена в растворе ГСО по 5.4.

Распыляя в плазму соответствующий раствор, выполняют три параллельных измерения. Массовая доля, представляющая собой средний результат этих измерений, является одним из параллельных определений аттестованных значений вольфрама и молибдена в ГСО.

Среднее значение двух полученных таким образом параллельных определений массовых долей вольфрама и молибдена не должно отличаться от аттестованного более, чем на допускаемое значение, приведенное в таблице 2. В противном случае рекалибровку повторяют.

Таблица 2 — Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовых долей вольфрама и молибдена

В процентах

Массовая доля элемента	Погрешность результатов анализа Δ	Допускаемые расхождения		
		между результатами двух параллельных определений d_2	между результатами анализа, *выполненными* в разных условиях, d_k	между результатами воспроизведенного и *аттестованного* значений стандартного образца δ
Вольфрам				
От 0,01 до 0,02 включ.	0,006	0,006	0,008	0,004
Св. 0,02 « 0,05 «	0,008	0,008	0,010	0,005
« 0,05 « 0,10 «	0,013	0,014	0,018	0,009
« 0,10 « 0,20 «	0,020	0,020	0,025	0,013

Окончание таблицы 2

Массовая доля элемента	Погрешность результатов анализа Δ	Допускаемые расхождения		
		между результатами двух параллельных определений d_2	между результатами анализа, выполненными в разных условиях, d_k	между результатами воспроизведенного и аттестованного значений стандартного образца δ
Св 0,20 до 0,50 включ	0,030	0,030	0,040	0,020
« 0,50 « 1,0 «	0,050	0,050	0,060	0,030
« 1,0 « 2,0 «	0,060	0,060	0,080	0,040
« 2,0 « 5,0 «	0,10	0,10	0,13	0,060
Молибден				
От 0,01 до 0,02 включ	0,004	0,004	0,005	0,0024
Св 0,02 « 0,05 «	0,006	0,006	0,007	0,004
« 0,05 « 0 10 «	0,009	0,009	0,011	0,007
« 0,10 « 0,20 «	0,015	0,016	0,018	0,010
« 0,20 « 0,50 «	0,024	0,025	0,030	0,016
« 0,50 « 1,0 «	0,030	0,030	0,040	0,020
« 1,0 « 2,0 «	0,040	0,040	0,060	0,030
« 2,0 « 5,0 «	0,070	0,070	0,10	0,050

6.3 Измерение массовых долей вольфрама и молибдена проводят для каждого раствора анализируемых образцов аналогично процедуре, указанной в 6.2. С этой целью распыляют в плазму растворы массовой концентрации 1 мг/см^3 при анализе сталей с массовой долей вольфрама и молибдена до 1,00 % и растворы концентрации 100 мкг/см^3 при анализе сталей с массовой долей вольфрама и молибдена от 1,00 до 5,0 %.

6.4. После каждого измерения систему промывают распылением раствора соляной кислоты (1:9).

7 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1 Массовую долю вольфрама и молибдена в образце X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C_x}{m}, \qquad (1)$$

где C_x — массовая доля вольфрама и молибдена в растворе анализируемой пробы, %;

m — масса навески стали, содержащаяся в 1 см^3 раствора, мг.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений по двум навескам анализируемого образца.

7.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовых долей вольфрама и молибдена приведены в таблице 2.

7.3 Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности 0,95 не должны превышать допускаемые расхождения для соответствующих концентраций, приведенные в таблице 2. При получении результатов с расхождениями более допускаемых анализ следует повторить, используя новые навески анализируемого образца. Если при повторном анализе расхождение результатов параллельных определений вновь превышает допустимое, образец бракуют и заменяют новым.

УДК 669 14:546.74.06:006.354 ОКС 77.040 В39 ОКСТУ 0709

Ключевые слова: стали легированные и высоколегированные, методы контроля, вольфрам, молибден

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *В Н Прусакова*
Корректор *М И Першина*
Компьютерная верстка *Л А Круговой*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 17 06 97 Подписано в печать 08 07 97
Усл печ л 0,70 Уч -изд л 0,57 Тираж 224 экз С669 Зак 485

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник"
Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru