УДК 669.292.3:543.42:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ

## Метод спектрального анализа

Vanadium base alloys and alloying elements. Method of spectral analysis

**ГОСТ 26473.13—85**

ОКСТУ 1709

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1985 г. № 752 срок действия установлен**

**с 01.07.86**
**до 01.07.91**

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на сплавы и лигатуры на основе ванадия и устанавливает спектральный метод (с индуктивно связанной плазмой в качестве источника возбуждения спектра) определения компонентов, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

| Определяемый компонент | Определяемая массовая доля, % | Определяемый компонент | Определяемая массовая доля, % |
|---|---|---|---|
| Алюминий | 0,1—50 | Молибден | 5—30 |
| Ванадий | 20—90 | Ниобий | 5—30 |
| Вольфрам | 2—10 | Титан | 5—20 |
| Железо | 0,1—10 | Хром | 0,1—50 |
| Марганец | 0,1—10 | Цирконий | 1—20 |

Метод основан на зависимости интенсивности аналитической линии определяемого элемента от его концентрации в растворе, распыляемом в аргоновую индуктивно связанную плазму.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 26473.0—85.

**Издание официальное** **Перепечатка воспрещена**

★

gost.e-ecolog.ru

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрально-аналитическая установка типа IY-38P или аналогичная, состоящая из высокочастотного генератора (27,12 МГц) мощностью 1,5—2 кВт, плазменной горелки, монохроматора с дисперсией не хуже 0,4 нм/мм с фотоэлектрической регистрацией интенсивности излучения.

Аргон по ГОСТ 10157—79.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Стаканы стеклянные химические вместимостью 100 $см^3$.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 500 $см^3$.

Пипетки вместимостью 5, 10, 20 и 25 $см^3$ без делений.

Пипетки вместимостью 5, 10 $см^3$ с делениями.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 50 $см^3$.

Чашка платиновая вместимостью 30 $см^3$.

Чашка стеклоуглеродная вместимостью 30 $см^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Смесь кислот для растворения смешивают 20 $см^3$ концентрированной азотной кислоты с 20 $см^3$ ортофосфорной кислоты и разбавляют водой до 100 $см^3$.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069—74, марки А-99.

Ванадий металлический, с массовой долей ванадия не менее 99,9%, в виде мелкой стружки

Вольфрам металлический в виде порошка или мелкой стружки, содержащий не менее 99,9% вольфрама.

Железо восстановленное в виде порошка, содержащее не менее 99,9% железа.

Марганец металлический по ГОСТ 6008—82, марки Мр-00.

Молибден металлический в виде порошка или мелкой стружки, содержащий не менее 99,9% молибдена.

Ниобий металлический в виде порошка или мелкой стружки, содержащий не менее 99,9% ниобия.

Титан металлический в виде мелкой стружки, содержащий не менее 99,9% титана.

Хром металлический по ГОСТ 5905—79.

Цирконий металлический в виде стружки, содержащий не менее 99,9% циркония

2.1. Приготовление стандартных растворов

*Стандартный раствор алюминия (запасной), содержащий 1 мг/см³ алюминия*

0,1 г металлического алюминия помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании. По растворении навески приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей и переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой.

Раствор алюминия (рабочий), содержащий 0,1 мг/см³ алюминия. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ запасного раствора, доводят до метки водой.

*Стандартный раствор ванадия, содержащий 1 мг/см³ ванадия*

0,1 г металлического ванадия помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании при 350—400°С в смеси 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1. По растворении навески продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

*Стандартный раствор вольфрама (запасной), содержащий 1 мг/см³ вольфрама*

0,1 г металлического вольфрама помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при умеренном нагревании в 20 см³ смеси кислот для растворения. По растворении навески полученный раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой.

Раствор вольфрама (рабочий), содержащий 0,1 мг/см³ вольфрама. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ запасного раствора, доводят до метки водой.

*Стандартный раствор железа (запасной), содержащий 1 мг/см³ железа*

0,1 г металлического железа помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании при 200°С в смеси 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 5 см³ воды. По растворении навески приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей и переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки.

Раствор железа (рабочий), содержащий 0,01 мг/см³ железа. В мерную колбу вместимостью 500 см³ отбирают пипеткой 5 см³ запасного раствора, доводят до метки водой.

*Стандартный раствор марганца (запасной), содержащий 1 мг/см³ марганца*

0,1 г металлического марганца помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при умеренном нагревании в 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. По растворении навески приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей и переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки

Раствор марганца (рабочий), содержащий 0,01 мг/см³ марганца В мерную колбу вместимостью 500 см³ отбирают пипеткой 5 см³ запасного раствора, доводят до метки водой.

*Стандартный раствор молибдена (запасной), содержащий 1 мг/см³ молибдена*

0,1 г металлического молибдена помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании при 350—400°С в 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1 После растворения навески приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 1, и продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой.

Раствор молибдена (рабочий), содержащий 0,1 мг/см³ молибдена В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ запасного раствора, доводят до метки водой

*Стандартный раствор ниобия (запасной), содержащий 1 мг/см³ ниобия*

0,1 г металлического ниобия помещают в стеклоуглеродную чашку, приливают 5 см³ концентрированной азотной кислоты, несколько капель фтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании, добавляя в ходе растворения несколько раз по каплям фтористоводородную кислоту. По растворении навески приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 · 1, продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 10 см³ воды, 2 см³ перекиси водорода, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой.

Раствор ниобия (рабочий), содержащий 0,1 мг/см³ ниобия. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ запасного раствора, доводят до метки водой.

*Стандартный раствор титана (запасной), содержащий 1 мг/см³ титана*

0,1 г металлического титана помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1. По растворении навески приливают 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см³

воды, нагревают до растворения солей, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

Раствор титана (рабочий), содержащий 0,1 мг/см³ титана. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ запасного раствора, доводят до метки водой.

*Стандартный раствор хрома (запасной), содержащий 1 мг/см³ хрома*

0,1 г металлического хрома помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1. По растворении навески приливают 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки.

Раствор хрома (рабочий), содержащий 0,01 мг/см³ хрома. В мерную колбу вместимостью 500 см³ отбирают пипеткой 5 см³ запасного раствора, доводят до метки водой.

*Стандартный раствор циркония (запасной), содержащий 1 мг/см³ циркония*

0,1 г металлического циркония помещают в стеклоуглеродную чашку, приливают 5 см³ концентрированной азотной кислоты, несколько капель фтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании, добавляя в ходе растворения несколько раз по каплям фтористоводородную кислоту. По растворении навески приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 10 см³ воды, 2 см³ перекиси водорода, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой.

Раствор циркония (рабочий), содержащий 0,1 мг/см³ циркония. В мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 10 см³ запасного раствора, доводят до метки водой.

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Приготовление рабочих растворов сравнения

3.1.1. Приготовление рабочих растворов сравнения для анализа лигатур или сплавов на основе ванадия с массовой долей алюминия (от 2 до 50%); ванадия (от 20 до 90%); железа (от 0,1 до 10%); марганца (от 1 до 10%); молибдена (от 5 до 30%); титана (от 5 до 20%); хрома (от 0,1 до 50%).

**Серия 1,** раствор № 1. В мерную колбу вместимостью 500 см³ последовательно вводят 25 см³ стандартного запасного раствора

алюминия, 10 см³ стандартного раствора ванадия, 5 см³ стандартного рабочего раствора железа, 5 см³ стандартного рабочего раствора марганца, 25 см³ стандартного рабочего раствора молибдена, 25 см³ стандартного рабочего раствора титана, 25 см³ стандартного запасного раствора хрома. Состав раствора № 1 приведен в табл. 2.

**Серия 1**, раствор № 2. В мерную колбу вместимостью 500 см³ последовательно вводят 10 см³ стандартного рабочего раствора алюминия, 50 см³ стандартного раствора ванадия, 5 см³ стандартного запасного раствора железа, 5 см³ стандартного запасного раствора марганца, 15 см³ стандартного запасного раствора молибдена, 10 см³ стандартного запасного раствора титана, 5 см³ стандартного рабочего раствора хрома. Состав раствора № 2 приведен в табл. 2.

Таблица 2

| Определяемый элемент | Массовая концентрация определяемого элемента, мкг/см³ | |
|---|---|---|
| | раствор № 1 | раствор № 2 |
| Алюминий | 50 | 2 |
| Ванадий | 20 | 100 |
| Железо | 0,1 | 10 |
| Марганец | 1 | 10 |
| Молибден | 5 | 30 |
| Титан | 5 | 20 |
| Хром | 50 | 0,1 |

3.1.2. Приготовление рабочих растворов сравнения для анализа сплавов ванадий—вольфрам с массовой долей алюминия (от 0,1 до 1%); ванадия (от 70 до 90%); вольфрама (от 2 до 10%); железа (от 0,1 до 1%); марганца (от 0,1 до 1%); хрома (от 0,1 до 1%).

**Серия 2**, раствор № 1. В мерную колбу вместимостью 500 см³ последовательно вводят 5 см³ стандартного рабочего раствора алюминия, 25 см³ стандартного раствора ванадия, 5 см³ стандартного запасного раствора вольфрама, 5 см³ стандартного запасного раствора железа (раствор Б), 0,5 см³ стандартного запасного раствора марганца, 5 см³ стандартного запасного раствора хрома (раствор Б). Состав раствора № 2 приведен в табл. 3.

3.1.3. Приготовление рабочих растворов сравнения для анализа лигатур на основе ванадия с массовой долей алюминия (от 10 до 25%); ванадия (от 50 до 90%); железа (от 0,1 до 1%); марганца (от 0,1 до 1%); ниобия (от 5 до 30%); циркония (от 1 до 20%); хрома (от 0,1 до 1%).

**Серия 3**, раствор № 1. В мерную колбу вместимостью 500 см³ последовательно вводят 5 см³ стандартного запасного раствора

Таблица 3

| Определяемый элемент | Массовая концентрация определяемого элемента, мкг/см³ | |
|---|---|---|
| | раствор № 1 | раствор № 2 |
| Алюминий | 1 | 0,1 |
| Ванадий | 50 | 100 |
| Вольфрам | 10 | 2 |
| Железо | 0,1 | 1 |
| Марганец | 0,1 | 1 |
| Хром | 0,1 | 1 |

алюминия, 50 см³ стандартного раствора ванадия, 5 см³ стандартного рабочего раствора железа, 0,5 см³ стандартного рабочего раствора марганца, 15 см³ стандартного запасного раствора ниобия, 5 см³ стандартного рабочего раствора циркония, 5 см³ стандартного рабочего раствора хрома. Состав раствора № 1 приведен в табл. 4.

**Серия 3**, раствор № 2. В мерную колбу вместимостью 500 см³ последовательно вводят 15 см³ стандартного запасного раствора алюминия, 25 см³ стандартного раствора ванадия, 0,5 см³ стандартного запасного раствора железа, 5 см³ стандартного рабочего раствора марганца, 25 см³ стандартного рабочего раствора ниобия, 10 см³ стандартного запасного раствора циркония, 0,5 см³ стандартного запасного раствора хрома. Состав раствора № 2 приведен в табл. 4.

Таблица 4

| Определяемый элемент | Массовая концентрация определяемого элемента, мкг/см³ | |
|---|---|---|
| | раствор № 1 | раствор № 2 |
| Алюминий | 10 | 30 |
| Ванадий | 100 | 50 |
| Железо | 0,1 | 1 |
| Марганец | 0,1 | 1 |
| Ниобий | 30 | 5 |
| Цирконий | 1 | 20 |
| Хром | 0,1 | 1 |

3.2. Подготовка проб к анализу

3.2.1. Анализ лигатур или сплавов на основе ванадия с массовой долей алюминия (от 2 до 50%); железа (от 0,1 до 10%),

марганца (от 1 до 10%), молибдена (от 5 до 30%), титана (от 5 до 20%), хрома (от 0,1 до 50%).

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в смеси 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, с 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. По растворении навески продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой. Полученный раствор разбавляют еще раз: отбирают 5 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки водой.

3.2.2. Анализ сплавов ванадий—вольфрам

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании в 20 см³ смеси кислот для растворения. По растворении навески полученный раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой. Полученный раствор разбавляют еще раз: отбирают 5 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки водой.

3.2.3. Анализ лигатур или сплавов на основе ванадия с массовой долей алюминия (от 10 до 25%), железа (от 0,1 до 1%), марганца (от 0,1 до 1%), ниобия (от 5 до 30%), циркония (от 1 до 20%), хрома (от 0,1 до 1%).

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в платиновую или стеклоуглеродную чашку, приливают 5 см³ концентрированной азотной кислоты, несколько капель фтористоводородной кислоты и растворяют при умеренном нагревании, добавляя в ходе растворения несколько раз по каплям фтористоводородную кислоту. По растворении навески приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 10 см³ воды, 2 см³ перекиси водорода, нагревают до растворения солей, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой. Полученный раствор разбавляют еще раз: отбирают 5 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки водой.

3.3. Проведение определения

Установку IY-38P подготавливают к работе. Устанавливают рабочий режим плазменного источника возбуждения спектров*: расход охлаждающего потока аргона — 12 л/мин; расход распыляющего потока аргона — 0,35 л/мин; давление на входе в распылительную камеру 350 кПа; мощность, подводимая к плазме —

* При работе на приборе другой аналогичной конструкции параметры рабочего режима могут изменяться.

1000 Вт; высота наблюдения эмиссии — 4 мм; скорость вращения перистальтического насоса должна обеспечить расход анализируемого раствора в интервале 1—3 $см^3$/мин.

Измерение можно проводить через 30 мин после включения плазмы.

На выходную щель монохроматора выводятся последовательно аналитические линии определяемых элементов (табл. 5). Положение аналитической линии относительно выходной щели контролируется или автоматически с помощью управляющей ЭВМ, или по показаниям милливольтметра. При работе в автоматическом режиме напряжение на фотоэлектронном умножителе (ФЭУ) соответствует положениям аттенюатора, указанным в табл. 5. При ручном режиме регистрации напряжение на ФЭУ устанавливают при распылении в плазму дистиллированной воды и раствора сравнения с минимальным содержанием определяемого элемента таким образом, чтобы аналитический сигнал фона при распылении воды стремился к нулю, а аналитический сигнал раствора сравнения превышал фон не менее чем на 10 единиц показаний цифрового вольтметра. Время интегрирования аналитического сигнала в ручном режиме работы составляет 10 с, а для автоматического — указано в табл. 5.

Таблица 5

| Определяемый элемент | Длина волны аналитической линии, нм | Напряжение на ФЭУ (условные единицы) | Время интегрирования, мкс |
|---|---|---|---|
| Молибден | 202,032 | 75 | 100 |
| Хром | 205,559 | 75 | 500 |
| Железо | 238,207 | 75 | 200 |
| Марганец | 257,610 | 75 | 50 |
| Вольфрам | 276,427 | 75 | 200 |
| Ванадий | 292,402 | 65 | 200 |
| Ниобий | 313,078 | 75 | 200 |
| Цирконий | 316,597 | 75 | 200 |
| Титан | 334,941 | 70 | 200 |
| Алюминий | 396,152 | 65 | 400 |

В оптимально подобранных условиях измерения с помощью перистальтического насоса и распылителя вводят в плазму ВЧ-разряда последовательно соответствующие растворы сравнения и раствор анализируемой пробы.

В ручном режиме работы по результатам измерения растворов сравнения строят градуировочные графики в координатах: значение аналитического сигнала — массовая концентрация элемента в растворе, мкг/$см^3$. Измеряют аналитические сигналы в растворах проб и по градуировочным графикам определяют

массовую концентрацию элемента в растворе. В автоматическом режиме вывод аналитических линий на выходную щель монохроматора, построение графиков и расчет концентраций осуществляется автоматически.

При определении массовой доли железа, марганца, хрома, алюминия в интервале содержаний от 0,1 до 1% одновременно проводят контрольный опыт на определение содержания этих компонентов в реактивах, найденное значение аналитического сигнала вычитают из значения аналитического сигнала определяемого компонента в анализируемом растворе. По вычисленному значению аналитического сигнала по градуировочному графику находят массовую концентрацию определяемого элемента в анализируемом растворе.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовая доля алюминия, ванадия, вольфрама, железа, марганца, молибдена, ниобия, титана, хрома и циркония ($X$) в процентах численно равна массовой концентрации определяемого элемента, выраженной в мкг/см$^3$.

4.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 6.

Таблица 6

| Определяемый элемент | Массовая доля, % | Допускаемое расхождение | Определяемый элемент | Массовая доля, % | Допускаемое расхождение |
|---|---|---|---|---|---|
| Алюминий | 0,1 | 0,02 | Марганец | 5,0 | 0,28 |
| | 1,0 | 0,1 | | 10,0 | 0,56 |
| | 2,0 | 0,12 | Молибден | 5,0 | 0,34 |
| | 10,0 | 0,45 | | 30,0 | 1,2 |
| | 50,0 | 1,5 | Ниобий | 5,0 | 0,34 |
| Ванадий | 20,0 | 1,4 | | 30,0 | 1,0 |
| | 90,0 | 2,6 | Титан | 5,0 | 0,3 |
| Вольфрам | 2,0 | 0,12 | | 20,0 | 0,6 |
| | 10,0 | 0,45 | Хром | 0,1 | 0,02 |
| Железо | 0,1 | 0,02 | | 1,0 | 0,1 |
| | 1,0 | 0,1 | | 10,0 | 0,28 |
| | 5,0 | 0,14 | | 50,0 | 1,4 |
| | 10,0 | 0,28 | Цирконий | 1,0 | 0,1 |
| Марганец | 0,1 | 0,02 | | 20,0 | 1,1 |
| | 1 0 | 0,1 | | | |

**Изменение № 1 ГОСТ 26473.13—85 Сплавы и лигатуры на основе ванадия. Метод спектрального анализа**

**Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.05.91 № 678**

**Дата введения 01.01.92**

Вводная часть. Таблица 1. Графа «Определяемая массовая доля, %». Заменить значения: 2—10 на 1—10; 5—30 на 1—30; 5—20 на 5—25; 1—20 на 1—25.

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Спектрально-аналитический комплекс, состоящий из высокочастотного генератора (27, 12 МГц), плазменной горелки с распылительной системой, полихроматора и монохроматора с обратной линейной дисперсией не хуже 0,5 нм/мм с фотоэлектрической регистрацией интенсивности излучения, управляющей ЭВМ»;

исключить слова: «Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80»; «Смесь кислот для растворения: смешивают 20 см$^3$ концентрированной азотной кислоты с 20 см$^3$ ортофосфорной кислоты и разбавляют водой до 100 см$^3$».

Пункт 2.1. Седьмой абзац изложить в новой редакции: «0,1 г металлического вольфрама помещают в стеклоуглеродную чашку, приливают 2 см$^3$ фтористоводородной кислоты, по каплям азотную кислоту и осторожно нагревают до полного растворения навески. Приливают 10 см$^3$ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, продолжают нагревание до выделения паров серного ангидрида, охлаждают, обмы-

*(Продолжение см. с. 44)*

вают стенки чашки водой, приливают 2 см³ перекиси водорода переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доводят водой до метки».

Пункт 3.1 дополнить обозначением: (РС).

Пункт 3.1.1. Первый абзац. Заменить значения: (от 2 до 50 %) на (от 1 до 50 %); (от 1 до 10 %) на (от 0,1 до 10 %), (от 5 до 20 %) на (от 5 до 25 %); второй, третий абзацы изложить в новой редакции.

«Серия 1, раствор № 1 (РС 1—1). В мерную колбу вместимостью 100 см³ последовательно вводят 1 см³ стандартного рабочего раствора алюминия, 2 см³ стандартного раствора ванадия, 10 см³ стандартного рабочего раствора железа, 10 см³ стандартного рабочего раствора марганца, 5 см³ стандартного рабочего раствора молибдена, 5 см³ стандартного рабочего раствора титана, 10 см³ стандартного рабочего раствора хрома, доводят до метки водой.

Состав раствора РС 1—1 приведен в табл. 2.

Серия 1, раствор № 2 (РС 1—2). В мерную колбу вместимостью 100 см³ последовательно вводят 5 см³ стандартного запасного раствора алюминия, 10 см³ стандартного раствора ванадия, 1 см³ стандартного запасного раствора железа, 1 см³ стандартного запасного раствора марганца, 3 см³ стандартного запасного раствора молибдена, 2,5 см³ стандартного запасного раствора титана, 5 см³ стандартного запасного раствора хрома, доводят до метки водой. Состав раствора РС 1—2 приведен в табл. 2»;

Дополнить абзацами: «Серия 1, раствор № 3 (РС 1—3). В мерную колбу вместимостью 100 см³ последовательно вводят:

1 см³ стандартного рабочего раствора алюминия,

*(Продолжение см. с. 45)*

10 см³ стандартного рабочего раствора железа,
10 см³ стандартного рабочего раствора марганца,
10 см³ стандартного рабочего раствора хрома,
доводят до метки водой. Состав раствора РС 1—3 приведен в табл. 2.

Серия 1, раствор № 4 (РС 1—4). В мерную колбу вместимостью 100 см³ последовательно вводят 1 см³ стандартного запасного раствора алюминия, 1 см³ стандартного запасного раствора железа, 1 см³ стандартного запасного раствора марганца, 1 см³ стандартного запасного раствора хрома, доводят до метки водой. Состав раствора РС 1—4 приведен в табл. 2»;

таблицу 2 изложить в новой редакции:

Таблица 2

| Определяемый элемент | Массовая концентрация определяемого элемента, мкг/см³ | | | |
|---|---|---|---|---|
| | РС 1–1 | РС 1—2 | РС 1—3 | РС 1—4 |
| Алюминий | 1 | 50 | 1 | 10 |
| Ванадий | 20 | 100 | — | — |
| Железо | 1 | 10 | 1 | 10 |
| Марганец | 1 | 10 | 1 | 10 |
| Молибден | 5 | 30 | — | — |
| Титан | 5 | 25 | — | — |
| Хром | 1 | 50 | 1 | 10 |

Пункт 3.1.2. Первый абзац. Заменить значения: (от 2 до 10 %) на (от 1 до 10 %);

второй абзац изложить в новой редакции: «Серия 2, раствор 1 (РС 2—1). В мерную колбу вместимостью 100 см³ последовательно вводят 5 см³ стандартного раствора ванадия, 1 см³ стандартного рабочего раствора вольфрама, доводят до метки водой. Состав раствора РС 2—1 приведен в табл. 3»;

дополнить абзацем: «Серия 2, раствор № 2 (РС 2—2) В мерную колбу вместимостью 100 см³ последовательно вводят 10 см³ стандартного раствора ванадия, 10 см³ стандартного рабочего раствора вольфрама, доводят до метки водой. Состав раствора РС 2—2 приведен в табл. 3».

Пункт 3.1.3. Первый абзац. Заменить значения: (от 10 до 25 %) на (от 10 до 30 %), (от 5 до 30 %) на (от 1 до 30 %);

второй, третий абзацы изложить в новой редакции:

«Серия 3, раствор № 1 (РС 3—1). В мерную колбу вместимостью 100 см³ последовательно вводят 1 см³ стандартного запасного раствора алюминия, 5 см³ стандартного раствора ванадия, 1 см³ стандартного рабочего раствора ниобия, 1 см³ стандартного рабочего раствора циркония, доводят до метки водой.

Состав раствора РС 3—1 приведен в табл. 3.

Таблица 3

| Определяемый элемент | Массовая концентрация определяемого элемента, мкг/см³ | |
|---|---|---|
| | РС 2—1 | РС 2—2 |
| Ванадий | 50 | 100 |
| Вольфрам | 1 | 10 |

*(Продолжение см. с. 46)*

Серия 3, раствор № 2 (РС 3—2). В мерную колбу вместимостью 100 см³ последовательно вводят 3 см³ стандартного запасного раствора алюминия, 10 см³ стандартного раствора ванадия, 3 см³ стандартного запасного раствора ниобия, 2 см³ стандартного запасного раствора циркония, доводят до метки водой. Состав раствора РС 3—2 приведен в табл. 4.

Таблица 4

| Определяемый элемент | Массовая концентрация определяемого элемента, мкг/см³ | |
|---|---|---|
| | РС 3—1 | РС 3—2 |
| Алюминий | 10 | 30 |
| Ванадий | 50 | 100 |
| Ниобий | 1 | 30 |
| Цирконий | 1 | 20 |

Пункт 3.2.1. Первый абзац. Заменить значения: (от 2 до 50 %) на (от 1 до 50 %); (от 1 до 10 %) на (от 0,1 до 10 %); (от 5 до 20 %) на (от 5 до 25 %);

второй абзац. Исключить слова: «Полученный раствор разбавляют еще раз: отбирают 5 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки водой».

Пункт 3.2.2 исключить.

Пункт 3.2.3. Первый абзац изложить в новой редакции: «Анализ сплавов ванадий-вольфрам и анализ лигатур или сплавов на основе ванадия с массовой долей алюминия (от 10 до 30 %), железа (от 0,1 до 1 %), марганца (от 0,1 до 1 %), ниобия (от 1 до 30 %), циркония (от 1 до 20 %), хрома (от 0,1 до 1 %)»;

второй абзац. Исключить слова: «Полученный раствор разбавляют еще раз: отбирают 5 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки водой».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.2.4:

«3.2.4. Растворы, полученные по пп. 3.2.1 или 3.2.2, используют для определения примеси алюминия, железа, марганца и хрома при содержании от 0,1 до 1 %; для определения компонентов с массовой долей более 1 % полученный раствор разбавляют: отбирают 5 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят до метки водой.

Одновременно с анализом серии проб через все стадии анализа проводят контрольный опыт. Раствор контрольного опыта используют как фоновый раствор».

Пункт 3.3 изложить в новой редакции; дополнить пунктами 3.3.1—3.3.8:

«3.3. Проведение определения

3.3.1. Спектрально-аналитический комплекс подготавливают к работе согласно «Рабочей инструкции по эксплуатации спектрально-аналитического комплекса» (РИ). Все нижеперечисленные действия выполняют в соответствии с РИ.

3.3.2. Включают плазму и устанавливают ее параметры:

мощность, подводимая к плазме —1,0—1,2 кВт;

расход плазмообразующего аргона —0,2—0,8 дм³/мин;

расход охлаждающего аргона —12—20 дм³/мин;

расход распыляющего аргона —0,2 — 0,6 дм³/мин;

скорость подачи раствора в плазму —1,8—3,0 см³/мин.

3.3 3. Выполняют операцию профилирования на полихроматоре и монохроматоре.

3.3.4. Режим работы спектрометра:

время интегрирования — 10 с;

способ измерения аналитического сигнала:

*(Продолжение см. с. 47)*

полихроматор — интегрирование на пике;

монохроматор — интегрирование интенсивности в максимуме пика после предварительного поиска его при сканировании в окрестности аналитической линии.

Длины волн аналитических спектральных линий приведены в табл. 5. Допускается применение других способов измерения в соответствии с РИ.

Таблица 5

| Определяемый элемент | Длина волны, нм | Определяемый элемент | Длина волны, нм |
|---|---|---|---|
| Алюминий | 396,15 | Ниобий | 269,70 |
| Ванадий | 292,40 | Титан | 337,28 |
| Вольфрам | 239,71 | Железо | 238,21 |
| Молибден | 202,03 | Марганец | 257,61 |
| Цирконий | 339,19 | Хром | 205,57 |

Допускается использование других длин волн, свободных от спектральных помех, обусловленных составом анализируемой лигатуры (сплава).

3.3.5. Переключатели напряжения на ФЭУ, соответствующие аналитическим линиям определяемых элементов на поли- и монохроматоре, устанавливают в позицию, обеспечивающую превышение значения аналитического сигнала над фоном для РС 1—1, РС 1—3, РС 2—1 или РС 3—1 не менее 20, для РС 1—2, РС 1—4, РС 2—2 или РС 3—2 — не менее 50 относительных единиц и значение относительного стандартного отклонения ($S_r$) трех параллельных измерений не более 3 %.

3.3.6. Последовательно вводят в плазму соответствующие растворы сравнения, выбранные с учетом состава анализируемых лигатур (сплавов). С помощью специальной программы методом наименьших квадратов получают числовые коэффициенты полинома, аппроксимирующего градуировочные характеристики для каждого из определяемых элементов.

Градуировочные характеристики получают в координатах (I—C), где I— интенсивность аналитических линий определяемого элемента за вычетом интенсивности излучения спектра для раствора контрольного опыта на длине волны аналитической линии определяемого элемента; C — концентрация определяемого элемента в растворе сравнения, мкг/см$^3$.

3.3.7. Растворы анализируемых проб последовательно вводят в плазму и измеряют интенсивности аналитических линий определяемых элементов и фона. В соответствии с программой для каждого раствора выполняется по 3 измерениям и вычисляется среднее значение, которое является результатом одного параллельного определения. После введения и измерения 4—5 растворов проб, повторяют измерения растворов сравнения. Полученные значения не должны отличаться более чем на 1 % от первоначальных (п. 3.3.6). В противном случае распыляют в плазму снова соответствующие растворы сравнения и получают с помощью специальной программы числовые коэффициенты, учитывающие дрейф градуировочных характеристик для каждого определяемого элемента, после этого продолжают выполнение анализа.

3.3.8. С помощью специальной программы на экране дисплея или в виде распечатки получают: символы определяемых элементов, значения аналитических сигналов и соответствующие им концентрации определяемых элементов в пробах».

Раздел 4 изложить в новой редакции:

*(Продолжение см. с. 48)*

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю определяемой примеси ($X_1$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot V}{m \cdot 10^4},$$

где $C$ — массовая концентрация определяемой примеси в анализируемом растворе, мкг/см³;

$V$ — объем раствора пробы, см³;

$m$ — масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Массовую долю определяемого компонента ($X_2$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C \cdot V}{m \cdot 10^3},$$

где $C$ — массовая концентрация определяемого компонента в анализируемом растворе, мкг/см³;

$V$ — объем раствора пробы, см³;

$m$ — масса навески анализируемой пробы, г.

4.3. Значения допускаемых расхождений приведены в табл. 6.

Таблица 6

| Определяемый элемент | Массовая доля, % | Допускаемое расхождение, % | Определяемый элемент | Массовая доля, % | Допускаемое расхождение, % |
|---|---|---|---|---|---|
| Алюминий | 0,10 | 0,02 | Ванадий | 20,0 | 0,6 |
| | 1,0 | 0,1 | | 50,0 | 1,5 |
| | 5,0 | 0,3 | | 90,0 | 2,8 |
| | 10,0 | 0,6 | Вольфрам | 1,0 | 0,1 |
| | 20,0 | 1,2 | | 5,0 | 0,3 |
| | 50,0 | 2,8 | | 10,0 | 0,6 |
| Железо | 0,10 | 0,02 | Молибден | 5,0 | 0,2 |
| | 1,0 | 0,1 | | 10,0 | 0,4 |
| | 5,0 | 0,2 | | 30,0 | 1,2 |
| | 10,0 | 0,4 | Цирконий | 1,00 | 0,1 |
| Марганец | 0,10 | 0,02 | | 5,0 | 0,3 |
| | 1,0 | 0,1 | | 10,0 | 0,6 |
| | 5,0 | 0,2 | | 25,0 | 1,4 |
| | 10,0 | 0,4 | Ниобий | 1,00 | 0,1 |
| Хром | 0,10 | 0,02 | | 5,0 | 0,3 |
| | 1,0 | 0,1 | | 10,0 | 0,6 |
| | 5,0 | 0,2 | | 30,0 | 1,8 |
| | 10,0 | 0,4 | Титан | 5,0 | 0,2 |
| | 20,0 | 0,8 | | 10.0 | 0,4 |
| | 50,0 | 2,0 | | 25,0 | 1,0 |

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 8 1991 г.)