

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
ИСО 7530-9—  
2017

---

## СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ

Спектрометрический метод атомной абсорбции  
в пламени

Часть 9

Определения содержания ванадия

(ISO 7530-9:1993, IDT)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2017

## Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Центральный научно-исследовательский институт им. И.П. Бардина» на основе официального перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 145 «Методы контроля металлопродукции»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 4 июля 2017 г. № 627-ст

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

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

## 5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет ([www.gost.ru](http://www.gost.ru))*

© Стандартинформ, 2017

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

## СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ

## Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени

## Часть 9

## Определения содержания ванадия

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

Дата введения — 2018—04—01

## 1 Область применения

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

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

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ISO 5725:1986\*\* Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (Точность методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости для стандартного метода испытаний по результатам межлабораторных испытаний).

ISO 7530-1-1990 Nickel alloys — Flame atomic absorption spectrometric analysis — Part 1: General requirements and sample dissolution (Сплавы никелевые. Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени. Часть 1. Общие требования и растворение образцов).

## 3 Сущность метода

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

\* Заменен. Действует ISO 7530-1:2015.

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

## 4 Реактивы

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

### 4.1 Метаванадат аммония ( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ ), как альтернатива чистого металлического ванадия

### 4.2 Стронция хлорид, раствор

113,5 г хлорида стронция шестиводного ( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) помещают в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>, растворяют в 400 см<sup>3</sup> горячей воды с температурой (50—60) °С, раствор охлаждают и переносят мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Доводят до метки водой и перемешивают. Хлорид стронция должен быть свободен от тяжелых металлов.

### 4.3 Ванадий, стандартный раствор (1,000 г/дм<sup>3</sup>)

#### 4.3.1 Приготовление раствора из ванадия металлического

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

#### 4.3.2 Приготовление из метаванадата аммония

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

### 4.4 Ванадий, стандартный раствор (250 мг/дм<sup>3</sup>)

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

## 5 Аппаратура

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

## 6 Отбор проб и пробоподготовка

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

## 7 Проведение анализа

### 7.1 Приготовление анализируемого раствора

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

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

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

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

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

## 7.2 Холостой опыт

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

## 7.3 Градуировочные растворы ванадия

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

## 7.4 Градуировочный график и определение

### 7.4.1 Атомно-абсорбционные измерения

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

### 7.4.2 Построение градуировочных графиков

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

## 7.5 Число определений

Определение выполняют по меньшей мере дважды.

## 8 Обработка результатов

### 8.1 Вычисления

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

### 8.2 Точность

#### 8.2.1 Межлабораторные испытания

Шесть лабораторий из четырех стран участвовали в межлабораторном эксперименте и проводили проверку настоящей методики, используя образец IN100. Девять лабораторий из пяти стран анализировали образцы NPK31 и 925, номинальный химический состав которых представлен в таблице 1.

#### 8.2.2 Статистическая обработка результатов

8.2.2.1 Результаты анализа были обработаны в соответствии с положениями стандарта ИСО 5725, по 8.2.2 ИСО 7530-1:1990. Результаты этой обработки приведены в таблице 2.

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

Т а б л и ц а 1 — Номинальный состав испытываемых образцов (% масс.)

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

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

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

## 9 Протокол испытаний

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

Приложение ДА  
(справочное)Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов  
национальным стандартам Российской Федерации

Т а б л и ц а ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ISO 5725:1986	—	*
ISO 7530-1: 1990	IDT	ГОСТ Р ИСО 7530-1—2016 «Сплавы никелевые. Атомно-абсорбционный метод в пламени. Часть 1. Общие требования и растворение образцов»
<p>* Соответствующий национальный стандарт отсутствует.</p> <p>П р и м е ч а н и е — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:</p> <p>- IDT — идентичный стандарт.</p>		

УДК 669.14:620.2:006.354

ОКС 77.080.20

В 39

ОКСТУ 0709

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

---

**БЗ 6—2017/58**

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

Сдано в набор 06.07.2017. Подписано в печать 14.07.2017. Формат 60 × 84  $\frac{1}{8}$ . Гарнитура Ариал.

Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,84. Тираж 22 экз. Зак. 1164.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

---

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)