
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)

© 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

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 (NH_4VO_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 см³, растворяют в 400 см³ горячей воды с температурой (50—60) °C, раствор охлаждают и переносят мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см³. Доводят до метки водой и перемешивают. Хлорид стронция должен быть свободен от тяжелых металлов.

4.3 Ванадий, стандартный раствор (1,000 г/дм³)

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 см³, добавляют 60 см³ соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1,18 \text{ г/см}^3$) и 20 см³ азотной кислоты ($\rho_{20} \approx 1,41 \text{ г/см}^3$). Нагревают содержимое стакана до полного растворения навески. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см³. 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 см³, добавляют, примерно, 400 см³ воды. Нагревают содержимое стакана до растворения соли. Переносят теплый раствор в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см³ и добавляют 400 см³ холодной воды, 50 см³ соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1,18 \text{ г/см}^3$) и 10 см³ азотной кислоты ($\rho_{20} \approx 1,41 \text{ г/см}^3$). Раствор охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки водой, перемешивают и хранят в полиэтиленовом сосуде.

4.4 Ванадий, стандартный раствор (250 мг/дм³)

50 см³ стандартного раствора ванадия (4.3) отбирают пипеткой в мерную колбу с одной меткой вместимостью 200 см³, 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 см³ соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1,18 \text{ г/см}^3$) и 1 см³ азотной кислоты ($\rho_{20} \approx 1,41 \text{ г/см}^3$), вместо 5 см³ соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1,18 \text{ г/см}^3$) 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 см³. Добавляют 5 см³ 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 см³ раствора (7.1.1) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см³. Добавляют 4 см³ раствора хлорида стронция (4.2), 3 см³ соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1,18 \text{ г/см}^3$) и 1 см³ азотной кислоты ($\rho_{20} \approx 1,41 \text{ г/см}^3$). 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 реагентов, за исключением навески пробы.

7.3 Градуировочные растворы ванадия

В пять мерных колб с одной меткой вместимостью 100 см³, используя бюретку, вводят: (0; 4,0; 8,0; 12,0 и 16,0) см³ стандартного раствора ванадия (4.4). Добавляют по 5 см³ раствора хлорида стронция (4.2), по 3 см³ соляной кислоты ($\rho_{20} \approx 1,18$ г/см³) и по 1 см³ азотной кислоты ($\rho_{20} \approx 1,41$ г/см³), доводят до метки водой и перемешивают. Эти градуировочные растворы соответствуют: (0; 10; 20; 30 и 40) мг/дм³ ванадия.

7.4 Градуировочный график и определение

7.4.1 Атомно-абсорбционные измерения

Выполняют измерения на длине волн 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.

Таблица 1 — Номинальный состав испытуемых 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 | — |

Таблица 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» |

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует.

П р и м е ч а н и е — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичный стандарт.

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

Б3 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 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 info@gostinfo.ru