



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО  
7530-2—  
2016

---

## СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ

Спектрометрический метод атомной абсорбции  
в пламени

Часть 2

Определение содержания кобальта

ISO 7530-2:1990

Nickel alloys — Flame atomic absorption spectrometric analysis —  
Part 2: Determination of cobalt content

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2016

## Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина» на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного 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 3 марта 2016 г. № 115-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 7530-2:1990 «Сплавы никелевые. Спектрометрический анализ методом атомной абсорбции в пламени. Часть 2. Определение содержания кобальта» (ISO 7530-2:1990 «Nickel alloys — Flame atomic absorption spectrometric analysis — Part 2: Determination of cobalt content»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствии с ГОСТ Р 1.5 (подраздел 3.5)

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 ([www.gost.ru](http://www.gost.ru))*

© Стандартиформ, 2016

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

II

## Содержание

|                                                                                                                                                                                                             |   |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---|
| 1 Область применения .....                                                                                                                                                                                  | 1 |
| 2 Нормативные ссылки.....                                                                                                                                                                                   | 1 |
| 3 Сущность метода.....                                                                                                                                                                                      | 1 |
| 4 Реактивы.....                                                                                                                                                                                             | 1 |
| 5 Аппаратура.....                                                                                                                                                                                           | 2 |
| 6 Отбор проб.....                                                                                                                                                                                           | 2 |
| 7 Проведение анализа .....                                                                                                                                                                                  | 2 |
| 8 Обработка результатов .....                                                                                                                                                                               | 3 |
| 9 Протокол испытаний.....                                                                                                                                                                                   | 4 |
| Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных<br>стандартов национальным стандартам Российской Федерации<br>(и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам)..... | 5 |



## СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ

## Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени

## Часть 2

## Определение содержания кобальта

Nickel alloys. Flame atomic absorption spectrometric analysis. Part 2. Determination of cobalt content

Дата введения — 2016—11—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает пламенный атомно-абсорбционный спектрометрический метод определения кобальта в никелевых сплавах. Метод применим для определения массовой доли кобальта в диапазоне от 0,01 % до 4 %. Типичный химический состав некоторых сплавов никеля приведен в ИСО 7530-1, приложение В.

Общие требования, касающиеся оборудования, отбора проб, растворения анализируемых образцов, атомно-абсорбционных измерений, расчетов и протоколов испытаний, приведены в ИСО 7530-1.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ИСО 5725:1986 Прецизионность методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости результатов стандартного метода с помощью межлабораторных испытаний (ISO 5725:1986, Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests)<sup>1)</sup>

ИСО 7530-1:1990 Сплавы никелевые. Спектрометрический анализ методом атомной абсорбции в пламени. Часть 1. Общие требования и растворение образца (ISO 7530-1:1990, Nickel alloys — Flame atomic absorption spectrometric analysis — Part 1: General requirements and sample dissolution)<sup>2)</sup>

## 3 Сущность метода

Навеску пробы растворяют в кислоте и распыляют анализируемый раствор в воздушно-ацетиленовое пламя атомно-абсорбционного спектрометра. Измеряют величину абсорбции резонансной энергетической линии спектра кобальта и сравнивают со значением абсорбции градуировочных растворов при длине волны 240,7 нм.

## 4 Реактивы

В дополнение к реактивам, перечисленным в стандарте ИСО 7530-1, требуются следующие специальные реактивы.

<sup>1)</sup> Действуют: ИСО 5725-1:1994, ИСО 5725-2:1994, ИСО 5725-3:1994, ИСО 5725-4:1994, ИСО 5725-5:1998, ИСО 5725-6:1994.

<sup>2)</sup> Действует ИСО 7530-1:2015 «Сплавы никелевые. Спектрометрический анализ методом атомной абсорбции в пламени. Часть 1. Определение содержания кобальта, хрома, меди, железа и марганца».

#### 4.1 Стронция хлорид, раствор

В стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup> помещают 113,5 г шестиводного хлорида стронция (SrCl<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O), растворяют в 400 см<sup>3</sup> горячей воды температурой 50 °С — 60 °С, 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 солей тяжелых металлов.

#### 4.2 Кобальт, стандартный аттестованный раствор 1,000 г/дм<sup>3</sup>

Взвешивают (с точностью до 0,001 мг) 1,000 г металлического кобальта с массовой долей кобальта не менее 99,9 %. Помещают навеску в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>, добавляют 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты ( $\rho_{20} \approx 1,18$  г/см<sup>3</sup>), разбавленной 1:1, и нагревают до полного растворения. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и добавляют 35 см<sup>3</sup> соляной кислоты ( $\rho_{20} \approx 1,18$  г/см<sup>3</sup>). Доводят до метки водой, перемешивают и помещают в полиэтиленовый сосуд для хранения.

#### 4.3 Кобальт, стандартный раствор 50 мг/дм<sup>3</sup>

Отбирают пипеткой 50 см<sup>3</sup> стандартного раствора кобальта (4.2) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты ( $\rho_{20} \approx 1,18$  г/см<sup>3</sup>), доводят до метки водой и перемешивают. Хранят раствор в полиэтиленовом сосуде.

### 5 Аппаратура

Требования к аппаратуре установлены в ИСО 7530-1, раздел 5.

### 6 Отбор проб

Описание процедур отбора проб приведено в ИСО 7530-1, раздел 6.

### 7 Проведение анализа

#### 7.1 Приготовление анализируемого раствора

Операции выполняют в соответствии с ИСО 7530-1, пункты 7.1.1–7.1.4.

##### 7.1.1 Первичные разбавления

7.1.1.1 Первичное разбавление для содержаний кобальта от 0,01 % масс. до 0,10 % масс.

Анализируемый раствор (7.1) помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Добавляют 4 см<sup>3</sup> раствора хлорида стронция (4.1), доводят до метки водой и перемешивают. Удаляют любые выделившиеся продукты гидролиза фильтрованием раствора через сухой фильтр или центрифугированием.

7.1.1.2 Первичное разбавление для содержаний кобальта от 0,1 % масс. до 4,0 % масс.

Анализируемый раствор (7.1) помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты ( $\rho_{20} \approx 1,18$  г/см<sup>3</sup>), доводят до метки водой и перемешивают. Удаляют любые выделившиеся продукты гидролиза фильтрованием раствора через сухой фильтр или центрифугированием.

##### 7.1.2 Вторичные разбавления

7.1.2.1 Вторичное разбавление для содержаний кобальта от 0,1 % масс. до 0,8 % масс.

Отбирают пипеткой 50 см<sup>3</sup> раствора (7.1.1.2) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 4 см<sup>3</sup> раствора хлорида стронция (4.1) и 3 см<sup>3</sup> соляной кислоты ( $\rho_{20} \approx 1,18$  г/см<sup>3</sup>), доводят до метки водой и перемешивают.

7.1.2.2 Вторичное разбавление для содержаний кобальта от 0,4 % масс. до 4 % масс.

Отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора (7.1.1.2) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 4 см<sup>3</sup> раствора хлорида стронция (4.1) и 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты ( $\rho_{20} \approx 1,18$  г/см<sup>3</sup>), доводят до метки водой и перемешивают.

#### 7.2 Холостой опыт

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

### 7.3 Градуировочные растворы кобальта

Используя пипетку, вносят в пять мерных колб с одной меткой вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая 0, 5, 10, 15 и 20 см<sup>3</sup> стандартного раствора кобальта (4.3). Добавляют в колбы по 4 см<sup>3</sup> раствора хлорида стронция (4.1) и по 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты ( $\rho_{20} \approx 1,18$  г/см<sup>3</sup>). Доводят до метки водой и перемешивают.

### 7.4 Градуировка и определение

#### 7.4.1 Атомно-абсорбционные измерения

Выполняют измерения на длине волны 240,7 нм, следуя описаниям ИСО 7530-1 (пункт 7.4.1) и используя в качестве атомизатора воздушно-ацетиленовое пламя.

#### 7.4.2 Построение градуировочных графиков

Следуют процедуре ИСО 7530-1, пункт 7.4.2.

### 7.5 Число определений

Выполняют определение не менее чем два раза.

## 8 Обработка результатов

### 8.1 Вычисления

Расчеты проводят в соответствии с ИСО 7530-1, подраздел 8.1.

### 8.2 Прецизионность

#### 8.2.1 Межлабораторные испытания

Десять лабораторий из шести стран — участников межлабораторного эксперимента проводили испытания настоящей методики, используя 5 образцов, номинальный химический состав которых представлен в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Номинальный состав испытываемых образцов

| № образца | В процентах по массе |      |    |      |    |     |           |      |     |
|-----------|----------------------|------|----|------|----|-----|-----------|------|-----|
|           | Al                   | Co   | Cr | Cu   | Fe | Mn  | Ni        | Si   | Ti  |
| 825       | 0,2                  | 0,07 | 21 | 1,6  | 30 | 0,7 | Остальное | 0,4  | 1,1 |
| 902       | 0,4                  | 0,05 | 5  | 0,04 | 48 | 0,4 | Остальное | 0,35 | 2,5 |
| 3920      | 0,15                 | 2    | 19 | 0,1  | 3  | 0,3 | Остальное | 0,6  | 2,3 |
| 3927      | 0,1                  | 1    | 20 | 0,05 | 44 | 0,4 | Остальное | 0,8  | 0,6 |
| 7049      | 1                    | 00,1 | 15 | 0,15 | 7  | 0,8 | Остальное | 0,3  | 2,3 |

#### 8.2.2 Статистическая обработка

8.2.2.1 Полученные результаты анализа были обработаны в соответствии с положениями стандарта ИСО 5725, как описано в ИСО 7530-1, пункт 8.2.2. Результаты этой обработки представлены в таблице 2.

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

| Стандартный образец | Среднее содержание Co, % масс. | Внутрилабораторное стандартное отклонение | Межлабораторное стандартное отклонение | Предел повторяемости | Предел воспроизводимости |
|---------------------|--------------------------------|-------------------------------------------|----------------------------------------|----------------------|--------------------------|
| 825                 | 0,067                          | 0,0006                                    | 0,0021                                 | 0,0016               | 0,0060                   |
| 902                 | 0,046                          | 0,0012                                    | 0,0017                                 | 0,0035               | 0,0060                   |
| 3920                | 2,01                           | 0,029                                     | 0,0                                    | 0,082                | 0,082                    |
| 3927                | 1,03                           | 0,016                                     | 0,022                                  | 0,045                | 0,077                    |
| 7049                | 0,0072                         | 0,0002                                    | 0,0009                                 | 0,0006               | 0,0026                   |

8.2.2.2 Результаты трех лабораторий были отклонены, как не удовлетворяющие критерию Кохрана: двух — по результатам анализа образца 825 и одной — по образцу 3927.

## **9 Протокол испытаний**

Протокол оформляют в соответствии с ИСО 7530-1, раздел 9.

**Приложение ДА**  
(справочное)

**Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов 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 стандарта                                                                                             |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| ИСО 5725: 1986                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | —                    | *                                                                                                                                                               |
| ИСО 7530-1:1990                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | IDT                  | ГОСТ Р ИСО 7530-1—2016 «Сплавы никелевые. Спектрометрический метод атомной абсорбции в пламени. Часть 1. Общие требования и растворение анализируемого образца» |
| <p>* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.</p> <p><b>П р и м е ч а н и е</b> — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:</p> <p>- IDT — идентичные стандарты.</p> |                      |                                                                                                                                                                 |

---

УДК 669.14:620.2:006.354

ОКС 77.080.20

ОКСТУ 0709

Ключевые слова: никелевые сплавы, спектрометрический метод, атомная абсорбция в пламени, кобальт, определение содержания

---

Редактор Л.И. Нахимова  
Технический редактор В.Н. Прусакова  
Корректор В.И. Варенцова  
Компьютерная верстка Е.О. Асташина

Сдано в набор 14.04.2016. Подписано в печать 28.04.2016. Формат 60×84%. Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 32 экз. Зак. 1202.

---

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

