

# 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.



Спектрально-аналитическая установка типа ИУ-38Р 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<sup>3</sup>.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 500 см<sup>3</sup>.

Пипетки вместимостью 5, 10, 20 и 25 см<sup>3</sup> без делений.

Пипетки вместимостью 5, 10 см<sup>3</sup> с делениями.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 50 см<sup>3</sup>.

Чашка платиновая вместимостью 30 см<sup>3</sup>.

Чашка стеклоуглеродная вместимостью 30 см<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты с 20 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>.

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/см<sup>3</sup> алюминия*

0,1 г металлического алюминия помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании. По растворении навески приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей и переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки водой.

Раствор алюминия (рабочий), содержащий 0,1 мг/см<sup>3</sup> алюминия. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> запасного раствора, доводят до метки водой.

*Стандартный раствор ванадия, содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> ванадия*

0,1 г металлического ванадия помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании при 350—400°C в смеси 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1. По растворении навески продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят водой до метки.

*Стандартный раствор вольфрама (запасной), содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> вольфрама*

0,1 г металлического вольфрама помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют при умеренном нагревании в 20 см<sup>3</sup> смеси кислот для растворения. По растворении навески полученный раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой.

Раствор вольфрама (рабочий), содержащий 0,1 мг/см<sup>3</sup> вольфрама. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> запасного раствора, доводят до метки водой.

*Стандартный раствор железа (запасной), содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> железа*

0,1 г металлического железа помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании при 200°C в смеси 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 5 см<sup>3</sup> воды. По растворении навески приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей и переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки.

Раствор железа (рабочий), содержащий 0,01 мг/см<sup>3</sup> железа. В мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 5 см<sup>3</sup> запасного раствора, доводят до метки водой.

*Стандартный раствор марганца (запасной), содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> марганца*

0,1 г металлического марганца помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют при умеренном нагревании в 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1. По растворении навески приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей и переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят водой до метки.

Раствор марганца (рабочий), содержащий 0,01 мг/см<sup>3</sup> марганца. В мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 5 см<sup>3</sup> запасного раствора, доводят до метки водой.

*Стандартный раствор молибдена (запасной), содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> молибдена*

0,1 г металлического молибдена помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании при 350—400°C в 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1. После растворения навески приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, и продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки водой.

Раствор молибдена (рабочий), содержащий 0,1 мг/см<sup>3</sup> молибдена. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> запасного раствора, доводят до метки водой.

*Стандартный раствор ниобия (запасной), содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> ниобия*

0,1 г металлического ниобия помещают в стеклоуглеродную чашку, приливают 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 10 см<sup>3</sup> воды, 2 см<sup>3</sup> перекиси водорода, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки водой.

Раствор ниобия (рабочий), содержащий 0,1 мг/см<sup>3</sup> ниобия. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> запасного раствора, доводят до метки водой.

*Стандартный раствор титана (запасной), содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> титана*

0,1 г металлического титана помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1. По растворении навески приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, и продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup>

воды, нагревают до растворения солей, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят водой до метки.

Раствор титана (рабочий), содержащий 0,1 мг/см<sup>3</sup> титана. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> запасного раствора, доводят до метки водой.

*Стандартный раствор хрома (запасной), содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> хрома*

0,1 г металлического хрома помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1. По растворении навески приливают 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят водой до метки.

Раствор хрома (рабочий), содержащий 0,01 мг/см<sup>3</sup> хрома. В мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 5 см<sup>3</sup> запасного раствора, доводят до метки водой.

*Стандартный раствор циркония (запасной), содержащий 1 мг/см<sup>3</sup> циркония*

0,1 г металлического циркония помещают в стеклоуглеродную чашку, приливают 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 10 см<sup>3</sup> воды, 2 см<sup>3</sup> перекиси водорода, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки водой.

Раствор циркония (рабочий), содержащий 0,1 мг/см<sup>3</sup> циркония. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> последовательно вводят 25 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора

ного рабочего раствора железа, 5 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора марганца, 25 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора молибдена, 25 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора титана, 25 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора хрома. Состав раствора № 1 приведен в табл. 2.

**Серия 1, раствор № 2.** В мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> последовательно вводят 10 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора алюминия, 50 см<sup>3</sup> стандартного раствора ванадия, 5 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора железа, 5 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора марганца, 15 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора молибдена, 10 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора титана, 5 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора хрома. Состав раствора № 2 приведен в табл. 2.

Таблица 2

Определяемый элемент	Массовая концентрация определяемого элемента, мкг/см <sup>3</sup>	
	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 см<sup>3</sup> последовательно вводят 5 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора алюминия, 25 см<sup>3</sup> стандартного раствора ванадия, 5 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора вольфрама, 5 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора железа (раствор Б), 0,5 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора марганца, 5 см<sup>3</sup> 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%).

последовательно вводят 5 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора

Таблица 3

Определяемый элемент	Массовая концентрация определяемого элемента, мкг/см <sup>3</sup>	
	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 см<sup>3</sup> стандартного раствора ванадия, 5 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора железа, 0,5 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора марганца, 15 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора ниобия, 5 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора циркония, 5 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора хрома. Состав раствора № 1 приведен в табл. 4.

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

Таблица 4

Определяемый элемент	Массовая концентрация определяемого элемента, мкг/см <sup>3</sup>	
	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 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в смеси 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, с 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1. По растворении навески продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения солей, переводят полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки водой. Полученный раствор разбавляют еще раз: отбирают 5 см<sup>3</sup> раствора в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой.

### 3.2.2. Анализ сплавов ванадий—вольфрам

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> смеси кислот для растворения. По растворении навески полученный раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой. Полученный раствор разбавляют еще раз: отбирают 5 см<sup>3</sup> раствора в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, продолжают нагревание до выделения паров серной кислоты, охлаждают, приливают 10 см<sup>3</sup> воды, 2 см<sup>3</sup> перекиси водорода, нагревают до растворения солей, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки водой. Полученный раствор разбавляют еще раз: отбирают 5 см<sup>3</sup> раствора в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой.

### 3.3. Проведение определения

Установку ИУ-38Р 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.



перистальтического насоса должна обеспечить расход анализируемого раствора в интервале 1—3 см<sup>3</sup>/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<sup>3</sup>. 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  $\text{мкг/см}^3$ .

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		5,0	0,34
Ванадий	20,0	1,4	Титан	30,0	1,0
	90,0	2,6		5,0	0,3
	Вольфрам	2,0	0,12	Хром	20,0
10,0		0,45	0,1		0,02
Железо		0,1	0,02		1,0
	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<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты с 20 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>».

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

*(Продолжение см. с. 44)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 26473.13—85)*

вают стенки чашки водой, приливают 2 см<sup>3</sup> перекиси водорода, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> последовательно вводят 1 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора алюминия, 2 см<sup>3</sup> стандартного раствора ванадия, 10 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора железа, 10 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора марганца, 5 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора молибдена, 5 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора титана, 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> последовательно вводят 5 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора алюминия, 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора ванадия, 1 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора железа, 1 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора марганца, 3 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора молибдена, 2,5 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора титана, 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> последовательно вводят:

1 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора алюминия,

*(Продолжение см. с. 45)*

10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> последовательно вводят 1 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора алюминия, 1 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора железа, 1 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора марганца, 1 см<sup>3</sup> 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/см <sup>3</sup>			
	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 см<sup>3</sup> последовательно вводят 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора ванадия, 1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> последовательно вводят 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора ванадия, 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> последовательно вводят 1 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора алюминия, 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора ванадия, 1 см<sup>3</sup> стандартного рабочего раствора ниобия, 1 см<sup>3</sup> 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/см <sup>3</sup>	
	РС 2—1	РС 2—2
Ванадий	50	100
Вольфрам	1	10

(Продолжение см. с. 46)

стандартного раствора ванадия, 3 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора ниобия, 2 см<sup>3</sup> стандартного запасного раствора циркония, доводят до метки водой. Состав раствора РС 3—2 приведен в табл. 4.

Т а б л и ц а 4

Определяемый элемент	Массовая концентрация определяемого элемента, мкг/см <sup>3</sup>	
	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 см<sup>3</sup> раствора в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> раствора в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> раствора в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> 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 дм<sup>3</sup>/мин;

расход охлаждающего аргона — 12—20 дм<sup>3</sup>/мин;

расход распыляющего аргона — 0,2—0,6 дм<sup>3</sup>/мин;

скорость подачи раствора в плазму — 1,8—3,0 см<sup>3</sup>/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)

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.

Т а б л и ц а 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, устанавливаются 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 (1—С), где 1—интенсивность аналитических линий определяемого элемента за вычетом интенсивности излучения спектра для раствора контрольного опыта на длине волны аналитической линии определяемого элемента; С — концентрация определяемого элемента в растворе сравнения, мкг/см<sup>3</sup>.

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 измерения 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)

4.1. 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/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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	
	Железо	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
Марганец		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	
Хром	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	
	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		