ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 16918-1— 2013

СТАЛЬ И ЧУГУН

Масс-спектрометрический метод с индуктивно связанной плазмой Часть 1. Определение содержания олова, сурьмы, церия, свинца и висмута

ISO 16918-1:2009
Steel and iron — Determination of nine elements by the inductively coupled plasma mass spectrometric method – Part 1: Determination of tin, antimony, cerium, lead and bismuth (IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 145 «Методы контроля металлопродукции»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 2054-ст.

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 16918-1 «Сталь и чугун. Масс-спектрометрический метод с индуктивно связанной плазмой. Часть 1. Определение содержания олова, сурьмы, церия, свинца и висмута». (ISO 16918-1:2009 «Steel and iron — Determination of nine elements by the inductively coupled plasma mass spectrometric method – part 1: Determination of tin, antimony, cerium, lead and bismuth»).

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

4 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 формационном 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 (gost.ru)

© Стандартинформ, 2015

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Реагенты 2
5 Аппаратура 3
6 Методики измерения 4
7 Отбор проб 5
8 Подготовка посуды 5
9 Проведения анализа 5
10 Стандартные растворы 6
11 Приготовление внутренних стандартных растворов (внутренних стандартов) — Y, Rh и Lu 8
12 Градуировочный раствор холостого опыта и градуировочные растворы 9
13 Подготовка прибора ИСП- МС для работы 12
14 ИСП- МС измерения 12
15 Построение градуировочных графиков 12
16 Представление результатов 13
17 Протокол испытания 15
Приложение А (справочное) Дополнительная информация о проведенных международных испытаниях 16
Приложение В (справочное) Изотопы, мешающие определению элементов Sn, Sb, Ce, Pb и Bi с использованием метода ИСП- МС 26
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии стандартам Российской Федерации и (действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) 27

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СТАЛЬ И ЧУГУН

Масс- спектрометрический метод с индуктивно связанной плазмой. Часть 1. Определение содержания олова, сурьмы, церия, свинца и висмута

Steel and iron. Inductively coupled plasma mass spectrometric method.
Part 1. Determination of tin, antimony, cerium, lead and bismuth content

Дата введения 2014—10—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения в стали и чугуне следового содержания олова, сурьмы, церия, свинца и висмута с использованием индуктивно связанной плазмы и масс-спектрометрии (ИСП-МС). Метод применим для определения следового содержания элементов в следующих диапазонах массовых долей :

- олово Sn— от 5 до 200 мкг/г;
- сурьма Sb— от 1 до 200 мкг/г;
- церий Ce— от 10 до 1 000 мкг/г;
- свинец Pb— от 0,5 до 100 мкг/г;
- висмут Bi— от 0,3до 30 мкг/г.

Мешающие влияния при определении следов элементов с помощью ИСП-МС перечислены в приложении В.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ИСО 648: 1977 Лабораторная стеклянная посуда. Пипетки (Мора) с заданным объемом (ISO 648:1977, Laboratory glassware -- One-mark pipettes)

ИСО 1042: 1998 Лабораторная стеклянная посуда. Мерные колбы с одной меткой (ISO 1042 : 1998, Laboratory glassware -- One-mark volumetric flasks)

ИСО 5725-1: 1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения (ISO 5725-1: 1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results -- Part 1: General principles and definitions)

ИСО 5725-2: 1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений (ISO 5725-2: 1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results -- Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method)

ИСО 5725-3 : 1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений (ISO 5725-3 : 1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results -- Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method)

ИСО 14284 Сталь и чугун. Отбор и подготовка образцов для определения химического состава (ISO 14284, Steel and iron -- Sampling and preparation of samples for the determination of chemical composition).

3 Сущность метода

Аналитическую навеску растворяют в смеси кислот: соляной, азотной и плавиковой, используя систему микроволнового нагревания, или на нагрева тельную плитку. Разбавленные растворы образцов распыляют в плазму масс-спектрометра (ИСП-МС) с помощью перистальтического насоса. Одновременные измерения интенсивности элементов в единицах атомной массы, (по масс-спектру) проводят с использованием систем спектрометра ИСП-МС. Раствор холостого опыта для градуировки

Издание официальное

и градуировочные растворы должны соответствовать матричному компоненту по составу основных элементов стали и минеральным кислотам, использованным для разложения образца. Внутренние стандарты используют во всех операциях, чтобы компенсировать любой инструментальный дрейф.

4 Реагенты

Если нет других указаний, используют только реагенты высокой степени чистоты, с массовой долей менее 0,000 1% каждого элемента или эквивалентной чистоты. Указанные ниже обозначения, в процентах, относятся к массовой доле элементов.

4.1 Соляная кислота (HCl), 30%, плотностью ρ - 1,15 г/см^3 или 38 %, плотностью ρ - 1,19 г/см^3.

4.2 Азотная кислота (HNO3), 70%, плотностью ρ - 1,42 г /см^3.

4.3 Плавиковая кислота (HF), 49%, плотностью ρ - 1,16 г / см^3.

4.4 Азотная кислота (HNO3), 65%, плотностью ρ - 1,40 г / см^3.

4.5 Особо чистая вода, полученная в системе очистки, способной очистить воду до значения сопротивления ≥18 МΩ /см.

4.6 Промывной раствор для НСП-МС.

В пластиковую бутылку (например, полиэтиленовую) вместимостью 500 см^3 наливают 400 см^3 очищенной воды (4.5), добавляют 15 см^3 соляной кислоты (4.1), 5 см^3 азотной кислоты (4.2), 2.5 см^3 плавиковой кислоты (4.3) и доводят объем до 500 см^3 водой (4.5). Качество кислот можно проверить, до их использования сканированием масс-спектра растворов на приборе ИСП-МС. Для этого рекомендуется приготовить раствор следующего состава: 0,30 см^3 (300 мкл) HCl (4.1) + 0,10 см^3 (100 мкл) HNO_3 (4.2) + 0,05 см^3 (50 мкл) HF (4.3) и примерно 3 см^3 воды (4.5), затем раствор доводят (водой) до объема 10 см^3. Если на спектре будут выявлены пики (полосы) анализируемых элементов, нужно взять кислоту из другого сосуда и снова проверить раствор на присутствие тех же элементов.

4.7 Азотная кислота (HNO_3), разбавленная 1:9.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают около 70 см^3 воды (4.5), затем добавляют 10 см^3 концентрированной HNO_3 (4.2) и доводят до метки водой (4.5).

4.8 Гидроксид натрия (NaOH), раствор концентрацией 7,5 моль/дм^3, плотностью ρ - 1,33 г/ см^3.

4.9 Гидроксид натрия (NaOH), раствор концентрацией 0,2 моль/дм^3.

Помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 2,7см^3 раствора NaOH концентрацией 7,5 моль/дм^3 (4.8) и доводят водой (4.5) до метки.

Растворы NaOH должны храниться в сосудах из полиэтилена или из аналогичного материала.

4.10 Царская водка (HCl + HNO_3 = 3 +1).

Готовят царскую водку в стакане вместимостью 30 см^3 (или близком по объему), помещая в стакан 9 см^3 HCl (4.1), 3 см^3 HNO_3 (4.2) и перемешивая содержимое.

4.11 Царская водка, раствор, разбавленный 4:10.

Помещают 100 см^3 воды (4.5) в колбу вместимостью 150 см^3, затем добавляют 40 см^3 раствора царской водки (4.10) и перемешивают. Не доводят до метки.

4.12 Азотная кислота (HNO_3), раствор, разбавленный 1:1.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают примерно 30 см^3 воды (4.5), затем добавляют 50 см^3 концентрированной HNO_3 (4.2) и разбавляют до метки водой (4.5).

4.13 Хлорная кислота ($HClO_4$) , 70%-ная, плотностью ρ - 1,68 г/см^3.

4.14 Соляная кислота (HCl), плотностью ρ 1,19 г / см^3 (4.1), разбавленная 1:1.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3, наливают, примерно, 30 см^3 воды (4.5), затем добавляют 50 см^3 концентрированной HCl (4.1) и разбавляют до метки водой (4.5).

4.15 Железо высокочистое, содержащее менее 0,000 1% массовой доли каждого элемента.

4.16 Основные стандартные растворы, содержащие 1 000 мг/дм^3 каждого элемента

4.16.1 Олово Sn, основной стандартный раствор

100,0 мг высокочистого олова (с массовой долей олова не менее 99,9%) растворяют в 3 см^3 HCl (ρ - 1,19 г/см^3) (4.1) и 1 см^3 HNO_3 (4.2) в стакане вместимостью 250 см^3. Содержимое стакана осторожно нагревают до полного растворения, охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, раствор доводят до метки водой (4.5) и хорошо перемешивают.

Хранят стандартный раствор олова в полиэтиленовом (ПЭТ) сосуде.

4.16.2 Сурьма Sb, основной стандартный раствор

100,0 мг металлической сурьмы высокой чистоты (с массовой долей сурьмы не менее 99,9 %) растворяют в 3 см^3 HCl (ρ - 1,19 г/см^3) (4.1) и 1 см^3 $HN0_3$ (4.2) в стакане вместимостью 250 см^3. Содержимое стакана осторожно нагревают до полного растворения, охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, раствор доводят до метки водой (4.5) и хорошо перемешивают. Хранят стандартный раствор олова в полиэтиленовом сосуде.

4.16.3 Церий Ce, основной стандартный раствор

288,5 мг чистого сульфата церия (IV) Ce $(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$ растворяют в 50 $см^3$ раствора разбавленной царской водки (4.11) в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$. После полного растворения сульфата добавляют раствор царской водки (4.11) до метки и хорошо перемешивают.

Хранят стандартный раствор церия в ПЭТ сосуде.

4.16.4 Свинец, основной стандартный раствор

100,0 мг металлического свинца высокой чистоты (с массовой долей свинца не менее 99,9 %) растворяют в 20 $см^3$ $HN0_3$ разбавленной 1:1 (4.12) в стакане вместимостью 250 $см^3$. Стакан осторожно нагревают до полного растворения свинца, раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой (4.5) и хорошо перемешивают. Хранят стандартный раствор свинца в ПЭТ сосуде.

4.16.5 Висмут Bi, основной стандартный раствор

100,0 мг металлического висмута высокой чистоты (с массовой долей висмута не менее 99,9%) растворяют в 3 $см^3$ HCl (ρ -1,19 $г/см^3$) (4.1) и 1 $см^3$ HNO_3 (4.2) в стакане вместимостью 250 $см^3$. Стакан осторожно нагревают до полного растворения висмута, раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой (4.5) и хорошо перемешивают. Хранят стандартный раствор висмута в ПЭТ сосуде.

4.16.6 Родий Rh, основной стандартный раствор

203,6 мг чистого хлорида родия (III) ($RhCl_3$) растворяют в 6 $см^3$

свежеприготовленного раствора царской водки (4.10) в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$. После полного растворения хлорида разбавляют раствор до метки водой (4.5) и хорошо перемешивают.

Стандартный раствор родия хранят в ПЭТ сосуде.

4.16.7 Иттрий Y, основной стандартный раствор

127,0 мг чистого триоксида иттрия (Y_2O_3), растворяют в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ в 6 $см^3$ свежеприготовленной царской водки (4.10). После полного растворения раствор разбавляют до метки водой (4.5) и хорошо перемешивают.

Стандартный раствор иттрия хранят в ПЭТ сосуде.

4.16.8 Лютеций Lu, основной стандартный раствор

113,7 мг чистого триоксида лютеция (Lu_2O_3), растворяют в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ в 6 $см^3$ свежеприготовленной царской водки (4.10). После полного растворения раствор разбавляют до метки водой (4.5) и хорошо перемешивают. Стандартный раствор лютеция хранят в ПЭТ сосуде.

4.16.9 Титан Ti, основной стандартный раствор

100,0 мг металлического титана высокой чистоты (с массовой долей титана не менее 99,9 %) растворяют в 30 $см^3$ HCl (ρ - 1,19 $г/см^3$), разбавленной 1:1 (4.14) и 0,2 $см^3$ HF (4.3) в стакане вместимостью 250 $см^3$. Стакан осторожно нагревают до полного растворения титана, раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки водой (4.5) и хорошо перемешивают. Хранят стандартный раствор титана в ПЭТ сосуде.

4.17 Железо Fe, матричный раствор, 10 000 мг Fe/$дм^3$

0,5 г железа высокой чистоты (4.15) взвешивают с точностью 0,01 мг и помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$. Добавляют 20 $см^3$ воды (4.5), затем 0,1 $см^3$ HCl (4.1) и добавляют 5 $см^3$ HNO_3 (4.2). Осторожно нагревают стакан, чтобы растворить навеску железа. После полного растворения раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доливают до метки водой (4.5) и хорошо перемешивают.

Раствор железа хранят в ПЭТ сосуде.

4.18 Градуировочный (по массе) раствор, содержащий 100 мкг/$дм^3$ каждого из элементов Ti, Y, Rh, Sb, Ce, Pb и Bi

Наливают примерно 50 $см^3$ воды (4.5) в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, а затем добавляют по 0,10 $см^3$ (100 мкл) каждого из основных стандартных растворов Ti (4.16.9), Y (4.16.7), Rh (4.16. 6), Sb (4.16.2), Ce (4.16.3), Pb (4.16.4) и Bi (4.16.5). Доводят до метки водой (4.5) и хорошо перемешивают раствор.

5 Аппаратура

5.1 Лабораторная стеклянная и пластиковая посуда,

Используют следующую лабораторную стеклянную и пластиковую посуду: мерные колбы, песочные часы, стаканы, полиэтиленовые бутылки (сосуды), полиэтиленовые наконечники для пипеток, тест-трубки из полистирола.

Вся стеклянная мерная посуда должна быть класса А (1-ый класс) в соответствии с ИСО 648 и ИСО 1042.

5.2 Микропипетки

Вместимость микропипеток должна быть: от 5 до 40, от 50 до 200, от 100 до 1 000 мкл и от 1 до 5 $см^3$.

Примечание — 1 мкл соответствует 0,001 $см^3$.

5.3 Система вспомогательного микроволнового оборудования

Для разложения проб используют лабораторную микроволновую печь и вращающийся столик (устройство карусельного типа) или другой держатель для сосудов из политетрафторэтилена (ПТФЕ), рассчитанные на высокое давление.

Допускается применять пошагово-временную программу при выполнении процедуры мокрого разложения, определяющую давление и температуру (в реакционных сосудах), показатели можно регистрировать или наблюдать на мониторе.

5.4 ИСП-МС приборы

5.4.1 Магнитносекторные ИСП-МС (высокого разрешения ИСП-МС)

5.4.2 Квадрупольные ИСП-МС (низкого разрешения ИСП-МС)

5.4.3 Время-пролетные ИСП-МС (ИСП-TOF-МС)

Для оптимального функционирования ИСП-МС приборов необходимо соблюдать инструкцию для каждого типа ИСП-МС.

Во всех трех типах приборов ИСП-МС в качестве плазмо-образующего газа используют аргон для обеспечения работы аргоновой плазмы. Перед проведением анализа аргоновую плазму включают и оставляют включенной на 30 — 60 мин для стабилизации прибора. В течение этого времени распыляют воду (4.5) или промывной раствор (4.6) через системы распылителя и горелки. Время стабилизации зависит от типа прибора ИСП-МС.

Градуировка по массе должна проводиться каждое утро перед началом анализа, для этого выбирают семь элементов[Ti, Y, Rh, Sb, Ce, Pb и Bi (4.18)] в порядке их расположения в периодической таблице. Для градуировочного раствора могут быть использованы и другие элементы, но по содержанию (в атомных единицах массы) они должны перекрывать концентрационную область, которую предстоит анализировать.

Обычно, в процессе анализа подключают устройство автоматического отбора проб к перистальтическому насосу для автоматического ввода образцов в плазму. Также можно использовать ручной ввод образцов. Приборы настроены на режим оптимальной чувствительности. Очень важно отрегулировать рабочие параметры, такие как частота, выходная мощность, расход плазмообразующего газа, расход вспомогательного газа, расход газа для распылителя, скорость распыления образца, способ детектирования, интегрирование время/пик, число точек/пик, количество репликаций и время промывания. На практике чувствительность оптимизируют введением градуировочного раствора (например, градуировочного раствора родия 100 $мкг/дм^3$ или любого другого подходящего раствора) в плазму, а затем настройкой рабочих параметров.

6 Методики измерения

6.1 Минимальная прецизионность (RSD)

Рассчитывают относительное стандартное отклонение для 10 измерений каждого определяемого элемента (концентрация каждого элемента — 10 $мкг/дм^3$) в выбранном матричном растворе. Минимальная прецизионность (RSD) не должна превышать 5 %.

6.2 Предел обнаружения (LD) и предел количественного определения (LQ)

Предел обнаружения (LD) и предел количественного определения (LQ) рассчитывают по следующим формулам:

$$LD = 3 \cdot \sigma \cdot \frac{Cs}{Xs - Xb}\ ; \quad (1)$$

$$LQ = 10 \cdot \sigma \cdot \frac{Cs}{Xs - Xb} \quad (2)$$

где σ — стандартное отклонение интенсивности для 10 измерений раствора холостого опыта;

X_s — среднее значение интенсивности для 10 измерений стандартного раствора;

Cs — концентрация стандартного раствора, мкг/дм3

X_b — среднее значение интенсивности для 10 измерений раствора холостого опыта.

7 Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с ISO 14284 или национальными стандартами на отбор проб стали.

8 Подготовка посуды

Всю стеклянную посуду и пластиковые изделия выдерживают в азотной кислоте (4.4), не менее чем 12 часов и после этого промывают водой (4.5). Лабораторная посуда должна храниться в защищенном от пыли месте.

9 Проведение анализа

9.1 Навеска (аналитическая проба)

В качестве аналитической навески, взвешивают 100 мг образца с точностью примерно 0,01мг.

Примечание - Настоящий стандарт определяет методику, в которой номинальная масса навески — 100 мг, но также можно использовать навеску меньшей массы, например 10 мг.

9.2 Раствор холостого опыта (раствор образца для холостого опыта)

Параллельно с анализом образцов с неизвестным составом анализируют раствор холостого опыта. Раствор холостого опыта должен содержать такие же количества реагентов, как и в анализируемых растворах, и такое же количество высокочистого железа (4.15), как и в навеске пробы.

9.3 Подготовка анализируемого раствора

9.3.1 Анализируемый раствор для определения элементов Sn, Sb, Pb и Bi

9.3.1.1 Метод разложения проб в микроволновом устройстве

Навеску образца помещают в сосуд выдерживающий высокое давление (далее — сосуд для высокого давления) из ПТФЕ (вместимостью 120 $см^3$) и добавляют 3 $см^3$ HCl (4.1),

1 $см^3$ HNO_3 и 0,5 $см^3$ HF (4.3). Крышку сосуда герметично завинчивают. Однако, кислоты могут быть добавлены в неплотно закрытый сосуд и оставлены на ночь. Обычно это улучшает процесс мокрого разложения.

Мокрое разложение проходит в системе микроволнового устройства для разложения. Сосуды высокого давления из ПТФЕ помещают на вращающийся столик (устройство карусельного типа) или в специальный держатель, который ставят в лабораторную микроволновую печь, и разложение проводят под воздействием микроволнового излучения.

Мокрое разложение выполняют в соответствии с трех шаговой программой, а именно: разложение ведут при низкой температуре (примерно 50°С) в течение 10 мин, затем при температуре примерно 100°С тоже в течение 10 мин и наконец, поднимая температуру до 150 °С – 200 °С, разлагают еще 10 мин.

Трехшаговую программу можно выполнять простой регулировкой мощности микроволновой печи. Если разложение в микроволновом устройстве продолжается 30 мин и дольше, то сосуды высокого давления из ПТФЕ должны быть охлаждены до удаления их из микроволновой печи. Температура в сосудах высокого давления из ПТФЕ перед их открытием не должна превышать 50 °С. Оператор, открывая сосуды для высокого давления, должен надеть пластиковые перчатки.

Примечание - Нельзя открывать дверцу микроволновой печи сразу после выполнения программы, т.к. всегда есть риск того, что предохраняющая мембрана в сосудах высокого давления из ПТФЕ может разорваться и пропустить горячие кислоты.

После охлаждения, содержимое сосуда переносят в полиэтиленовую бутылку или мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, осторожно промывают сосуд для высокого давления из PTFE водой (4.5) и объединяют промывные воды с основным раствором. Доводят объем в бутылке или колбе водой (4.5) до метки и хорошо перемешивают.

9.3.1.2 Метод разложения проб на горячей плите в открытых сосудах

Навеску пробы помещают в стакан из ПТФЕ или кварцевый с графитовым дном вместимостью 50 $см^3$. Добавляют 3 $см^3$ HCl (4.1), накрывают стакан часовым стеклом и осторожно нагревают до прекращения реакции растворения. Добавляют 1 $см^3$ HNO_3 (4.2) и нагревают до удаления оксидов азота. Добавляют 0,5 $см^3$ HF (4.3) и нагревают в течении 5 мин. При необходимости, охлаждают и добавляют 5 $см^3$ $HClO_4$ и нагревают без часового стекла до начала дымления.

Накрывают стакан часовым стеклом и продолжают нагревание, поддерживая температуру, при которой конденсат белых паров хлорной кислоты поднимается вверх по стенкам стакана. Нагревание

продолжают, пока не прекратится выделение дымящих паров хлорной кислоты. Охлажденный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, обмывая стенки стакана водой (4.5). Раствор доливают водой (4.5) до метки и хорошо перемешивают.

Примечание - Стаканы из PTFE с графитовым дном могут легко разрушаться при повышении температуры, поэтому температуру необходимо поднимать очень медленно.

9.3.2 Анализируемый раствор для определения Ce

9.3.2.1 Метод разложения проб в микроволновом устройстве

Навеску количественно помещают в сосуд для высокого давления из ПТФЕ (вместимостью примерно 120 $см^3$), приливают 3 $см^3$ HCl (4.1) и 1 $см^3$ HNO_3 (4.2). Крышку сосуда плотно завинчивают. Однако, кислоты могут быть добавлены в сосуд с неплотно закрытой крышкой накануне вечером. Это обычно улучшает процесс мокрого разложения навески. Мокрое разложение проводится в системе микроволнового устройства для вскрытия проб. Сосуды для высокого давления помещают в карусельный или специальный держатель, который помещают в лабораторную микроволновую печь, и мокрое разложение происходит под действием микроволнового излучения. Мокрое разложение выполняют по трехшаговой процедуре, т. е. начиная разложение при низкой температуре, проводят ее примерно при 50 °С в течение 10 мин, затем поднимая температуру, примерно, до 100 °С, выдерживают эту температуру еще 10 мин. При третьем шаге поднимают температуру до 150 °С – 200 °С и продолжают процесс в течение 10 мин.

Трехшаговую процедуру можно выполнять, просто регулируя мощность микроволновой печи. Весь процесс вскрытия пробы в микроволновом устройстве занимает 30 мин и еще 30 мин требуется для охлаждения сосудов из ПТФЕ, прежде чем их можно вынимать из микроволновой печи. Температура внутри сосудов из ПТФЕ перед их открытием должна быть менее 50 °С. Пластиковые перчатки должны предохранять руки оператора при вскрытии сосудов из ПТФЕ.

Примечание — Нельзя открывать дверцу микроволновой печи непосредственно сразу после окончания программы, так как всегда есть риск разрыва предохранительной мембраны реакционного сосуда из ПТФЕ для высокого давления и выброса горячих кислот.

После охлаждения содержимое реакционных сосудов из ПТФЕ для высокого давления переносят количественно в полиэтиленовую бутылочку вместимостью 100 $см^3$ или в мерную колбу такого же объема. Осторожно обмывают стенки реакционного сосуда водой (4.5), объединяя промывные воды с основным раствором, доводят объем до метки водой (4.5) и хорошо перемешивают.

9.3.2.2 Разложение навески на горячей плите с использованием открытых сосудов

Помещают навеску в стеклянный или кварцевый стакан вместимостью 100 $см^3$. Добавляют 3 $см^3$ HCl (4.1), накрывают стакан часовым стеклом и осторожно нагревают до прекращения реакции растворения. Добавляют в реакционную смесь 1 $см^3$ HNO_3 (4.2) и продолжают нагревание до появления паров оксидов азота. Если необходимо, охлаждают раствор и добавляют 5 $см^3$ $HClO_4$ (4.13), потом сильно нагревают без часовых стекол до начала дымления.

Накрывают часовым стеклом и продолжают нагревание при температуре, при которой образуются устойчивые белые пары хлорной кислоты, конденсат которых поднимается по стенкам стакана. Продолжают нагревание, пока не исчезнут белые пары внутри стакана. Охлаждают раствор и количественно переносят его в мерную колбу вместимостью100 $см^3$, обмывают стенки стакана водой (4.5) и объединяют промывные воды с основным раствором. Доводят объем раствора до метки водой (4.5) и хорошо перемешивают.

10 Стандартные растворы

Три стандартных раствора готовят и используют в дальнейшем для приготовления градуировочных растворов.

10.1 Многоэлементные стандартные растворы, включающие элементы Sn, Sb, Pb и Bi

Приготовление многоэлементных стандартных растворов для четырех элементов описано выше, начиная с основного стандартного раствора для каждого элемента (4.16.1, 4.16.2, 4.16.4, 4.16.5).

10.1.1 Приготовление растворов в тест-трубках из полистирола

Приготовление стандартных растворов непосредственно в тест-трубках из полистирола вместимостью 10 см3 удобно и экономит время. Растворы доводят водой (4.5) до нужного объема. Приготовление двух стандартных растворов описано в 10.1.1.1 и 10.1.1.2.

10.1.1.1 Приготовление многоэлементного раствора — мультистандарта$_{10}$ концентрацией 10 мг/дм^3

От каждого из четырех основных стандартных раствора (4.16.1, 4.16.2, 4.16.4, 4.16.5) отбирают по 0,10 см^3 (100 мкл) и добавляют в тест-трубку из полистирола вместимостью 10 см^3, содержащую примерно 5 см^3 воды (4.5). Многоэлементный раствор доводят водой (4.5) до нужного объема, контролируя массу раствора взвешиванием[1]. Герметизируют тест-трубку пленкой parafilm и перемешивают стандартный раствор (таблица 1).

Таблица 1 — Мульти-стандарт$_{10}$

Объем каждого стандартного основного раствора – Стандарт$_{1000}$, см^3 (мкл)	Масса, мкг	Объем тест-трубки, см^3	Концентрация каждого элемента в тест-трубке после разбавления, мг/дм^3
0,10 (100)	100	10	10

10.1.1.2 Приготовление многоэлементного раствора — мульти-стандарт$_{0,1}$ концентрацией 0,1 мг/дм^3

Отбирают 0,10 см^3 (100 мкл) многоэлементного раствора мультистандарта$_{10}$ в тест-трубку из полистирола вместимостью 10 см^3. Готовят раствор, разбавляя водой (4.5) до нужного объема, определяя массу раствора взвешиванием [1)]. Закрывают тест-трубку пленкой parafilm и перемешивают стандартный раствор. (таблица 2).

Таблица 2 – Мультистандарт$_{0,1}$

Объем мульти-стандарта$_{10}$, см^3 (мкл)	Масса, мкг	Объем тест-трубки, см^3	Концентрация каждого элемента в тест-трубке после разбавления, мг/дм^3
0,10 (100)	1,0	10	0,10

10.1.2 Приготовление растворов в мерных колбах

Стандартные растворы можно готовить в мерной колбе вместимостью 100 см^3.

Все растворы доводят до метки водой (4.5). Многоэлементные растворы готовят в соответствии с 10.1.2.1 и 10.1.2.2.

10.1.2.1 Приготовление многоэлементного раствора — мультистандарт$_{10}$ концентрацией 10 мг/дм^3

От каждого из четырех основных стандартных растворов (4.16.1, 4.16.2, 4.16.4, 4.16.5) отбирают аликвотную часть по 1,0 см^3 и добавляют в мерную колбу вместимостью 100 см^3, содержащую примерно 50 см^3 воды (4.5). Многоэлементный раствор в колбе разбавляют водой(4.5) до метки и хорошо перемешивают (таблица 3). Стандартный раствор хранят в мерной колбе.

Таблица 3 – Мультистандарт$_{10}$

Объем каждого стандартного основного раствора – Стандарт$_{1000}$, см^3	Масса, мкг	Объем мерной колбы, см^3	Концентрация каждого элемента в мерной колбе после разбавления, мг/дм^3
1,0	1000	100	10

10.1.2.2 Приготовление многоэлементного раствора — мульти-стандарта$_{0,1}$ концентрацией 0,1 мг/дм^3

Вносят 1,0 см^3 мультистандарта$_{10}$ в мерную колбу вместимостью 100 см^3 разбавляют его до метки водой (4.5) и хорошо перемешивают (таблица 4).

Таблица 4 – Мультистандарт$_{0,1}$

Объем мульти-стандарта$_{10}$, см^3	Масса, мкг	Объем мерной колбы, см^3	Концентрация каждого элемента в мерной колбе после разбавления, мг/дм^3
1,0	10	100	0,10

[1] Контролируется масса нетто раствора, находящегося в тест-трубке

10.2 Стандартные растворы элемента Ce

Элемент Ce следует определять отдельно, т. к. есть риск выпадения CeF_3 в виде осадка, если используют фтористоводородную кислоту. Стандартный раствор Ce-стандарт$_{10}$,необходимо готовить строго по методике, следуя схеме разбавления, начинающейся с 10.1.1.1 и 10.1.2.1 соответственно. Начало работы по приготовлению основного стандартного раствора Ce – в (4.16.3).

11 Приготовление внутренних стандартных растворов (внутренних стандартов) Y, Rh и Lu

11.1 Приготовление растворов в трубках из полистирола

В случае рекомендации - использовать внутренние стандарты при анализе нескольких образцов необходимо учитывать инструментальный дрейф, если мокрому разложению подвергаются образцы стали со сложной матрицей.

Внутренние стандарты элементов Y, Rh и Lu готовят в трех отдельных тест-трубках из полистирола. В каждую из трех тест-трубок вместимостью 10 $см^3$ наливают примерно по 3 $см^3$ воды (4.5). В одну из них добавляют 0,10 $см^3$ (100 мкл) основного стандартного раствора Rh (4.16.6), во вторую трубку добавляют 0,10 $см^3$ (100 мкл) основного стандартного раствора Y (4.16.7) и в третью тест-трубку добавляют 0,10 $см^3$ (100мкл) основного стандартного раствора Lu (4.16.8). Во всех трех тест-трубках нужный объем получают, разбавляя растворы водой (4.5) и определяя массу раствора взвешиванием. Затем тест-трубки закрывают пленкой parafilm и перемешивают растворы. Концентрация раствора внутреннего стандарта в каждой трубке из полистирола должна быть 10 $мг/дм^3$. В дальнейшем, разбавление будет необходимо в соответствии с процедурой приготовления стандартных растворов (для Rh и Y – 10.1.1.1 и 10.1.1.2, а для Lu – 10.2) и для градуировочных растворов (для Rh и Y –12.1.1 и 12.2.1, а для Lu – 12.1.2 и 12.2.2). Концентрация растворов внутренних стандартов должна быть приблизительно той же самой, что и концентрация элемента в анализируемом растворе. Это может стать проблемой, когда выполняются многоэлементные определения. Разница в концентрациях между внутренним стандартом и определяемым элементом не должна по значению превышать два порядка. В таких случаях разные концентрации можно использовать для Y и Rh. Если это невозможно, определяемые элементы следует разделить на две или более группы растворов до проведения анализа. Так как концентрации многих элементов не известны до проведения анализа, следует проводить предварительные определения уровня концентраций указанных элементов. В некоторых сталях концентрация будет слишком низкой для определения. Тогда можно выбрать подходящую концентрацию внутреннего стандарта порядка 1 $мкг/дм^3$.

11.2 Приготовление растворов в мерных колбах

Если рекомендовано использование внутренних стандартов при анализе нескольких образцов, то необходимо учитывать инструментальный дрейф, особенно при мокром разложении образцов стали со сложной матрицей.

Растворы внутренних стандартов элементов Y, Rh и Lu готовят в трех отдельных мерных колбах вместимостью 100 $см^3$, каждая. В каждую из трех мерных колб наливают примерно по 50 $см^3$ воды (4.5). В одну из них добавляют 1,0 $см^3$ основного стандартного раствора Rh (4.16.6), во вторую мерную колбу добавляют 1,0 $см^3$ основного стандартного раствора Y (4.16.7) и в третью мерную колбу добавляют 1,0 $см^3$ основного стандартного раствора Lu (4.16.8). Во все три колбы добавляют воду (4.5) до метки и перемешивают растворы. Концентрация внутреннего стандарта в каждой мерной колбе будет 10 $мг/дм^3$. В дальнейшем будет необходимо разбавление. При этом способ разбавления соответствует схеме для стандартных растворов (для Y и Rh – 10.1.2.1 и 10.1.2.2, а для Lu – 10.2) и для градуировочных растворов (для Y и Rh 12.1.1 и 12.2.1, а для Lu –12.1.2 и 12.2.2). Концентрация растворов внутренних стандартов должна быть приблизительно той же самой, что и концентрация элемента в анализируемом растворе. Это может стать проблемой, когда выполняют многоэлементные определения. Однако общий подход может быть использован и разница в концентрации между внутренним стандартом и определяемым элементом не должна по значению превышать два порядка. В таких случаях разные концентрации можно использовать для Y и Rh. Если это невозможно, определяемые элементы следует разделить на две или более группы растворов до проведения анализа. Так как до проведения анализа, концентрации многих элементов не известны, следует проводить предварительные определения уровня концентраций указанных элементов. В некоторых образцах стали будет найдено, что концентрации элементов слишком низки для определения. Тогда можно подобрать подходящую концентрацию внутреннего стандарта порядка 1 $мкг/дм^3$.

12 Градуировочный раствор холостого опыта и градуировочные растворы

Градуировочные растворы и градуировочный раствор холостого опыта для Sn, Sb и Pb готовят для концентрационной области от 0,4 до 200 мкг/дм^3 в соответствии с методикой в части 12.1 и 12.2. Градуировочный растворы для Ce должны охватывать область концентраций от 5 до 1000 мкг/дм^3, а для Bi от 0,3 до 40 мкг/дм^3. Градуировочный раствор холостого опыта и не менее чем пять градуировочных растворов должны быть приготовлены для построения градуировочного графика. Градуировочный график должен охватывать концентрационную область анализируемых образцов с неизвестным составом. Все градуировочные растворы должны соответствовать по содержанию железа, а также кислот, использованных для мокрого разложения проб, тем же содержаниям, что и в растворах, анализируемых образцов стали. Для добавления в градуировочные растворы железа в качестве матрицы используют раствор 10000 мг Fe/дм^3 (4.17). В конце добавляют растворы внутренних стандартов: Y, Rh и Lu для многоэлементного градуировочного раствора холостого опыта (для элементов Sn, Sb, Pb иBi) также подходят, как и для пяти многоэлементных градуировочных растворов (для элементов Sn, Sb, Pb иBi). Lu в качестве внутреннего стандарта для градуировочного раствора холостого опыта на Ce также подходит и для пяти градуировочных растворов Ce.

12.1 Приготовление растворов в мерных колбах

Готовят шесть мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая, которые затем используют для приготовления градуировочного раствора холостого опыта и градуировочных растворов для построения градуировочного графика. Концентрации элементов в градуировочных растворах должны быть подобраны так, чтобы охватывать концентрационную область в анализируемых образцах.

Приготовление стандартных растворов в мерных колбах выполняют в соответствии с методикой 12.1.1 и 12.1.2. Все градуировочные растворы доводят водой (4.5) до метки и перемешивают.

12.1.1 Приготовление многоэлементного градуировочного раствора холостого опыта и многоэлементных градуировочных растворов для Sn, Sb, Pb и Bi

Для построения градуировочного графика требуется градуировочный раствор холостого опыта и не менее чем пять градуировочных растворов.

В шесть мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая наливают примерно, по 50 см^3 воды (4.5), после этого готовят растворы в соответствии с процедурой, приведенной ниже, добавляя матричный раствор железа (4.17), минеральные кислоты и многоэлементные стандартные растворы. Растворы внутренних стандартов (Y и Rh) добавляют в таких количествах, чтобы это соответствовало концентрациям элементов в анализируемом растворе. Затем растворы доводят до нужного объема водой (4.5) и перемешивают (см. таблицу 5).

12.1.2 Приготовление градуировочного раствора холостого опыта на Ce и градуировочных растворов Ce

Для построения градуировочного графика требуется градуировочный раствор холостого опыта и не менее пять градуировочных растворов.

В шесть мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая наливают примерно по 50 см^3 воды (4.5), после этого готовят растворы в соответствии с процедурой, приведенной ниже, добавляя матричный раствор железа (4.17), минеральные кислоты и стандартные растворы Ce. Раствор внутреннего стандарта Lu добавляют в таком количестве, чтобы это соответствовало концентрации Ce в анализируемом растворе. Затем растворы доводят до метки водой (4.5) и перемешивают (см. таблицу 6).

Примечание - HF не добавляют.

12.2 Приготовление растворов в тест-трубках из полистирола

Готовят не менее чем шесть тест-трубок из полистирола вместимостью 10 см^3, которые затем используют для приготовления градуировочного раствора холостого опыта и градуировочных растворов для построения градуировочного графика. Концентрации элементов в градуировочных растворах должны быть подобраны так, чтобы охватывать концентрационную область анализируемых образцов.

Приготовление стандартных растворов в тест-трубках выполняют в соответствии с методикой 12.2.1 и 12.2.2. Все градуировочные растворы доводят водой (4.5) до нужного объема, определяя массу раствора взвешиванием. Трубки герметизируют пленкой parafilm и перемешивают растворы.

12.2.1 Приготовление многоэлементного градуировочного раствора холостого опыта и многоэлементных градуировочных растворов на Sn, Sb, Pb и Bi

Для построения градуировочного графика требуется градуировочный раствор холостого опыта и не менее чем пять градуировочных растворов.

В шесть тест-трубок из полистирола наливают примерно по 3 $см^3$ воды (4.5), после этого готовят растворы в соответствии с процедурой, приведенной ниже, добавляя матричный раствор железа (4.17) минеральные кислоты и многоэлементные стандартные растворы. Растворы внутренних стандартов Y и Rh добавляют в таких количествах, чтобы это соответствовало концентрациям элементов в анализируемом растворе. Затем доводят до нужного объема водой (4.5), определяя массу раствора взвешиванием, закрывают тест-трубку пленкой parafilm и перемешивают (см. таблицу 7).

12.2.2 Приготовление градуировочного раствора холостого опыта на Ce и градуировочных растворов Ce

Для построения градуировочного графика требуется градуировочный раствор холостого опыта и не менее чем пять градуировочных растворов.

В шесть тест-трубок из полистирола наливают примерно по 3 $см^3$ воды (4.5), после этого готовят растворы в соответствии с процедурой, приведенной ниже, добавляя матричный раствор железа (4.17), минеральные кислоты и стандартные растворы церия. Раствор внутреннего стандарта Lu добавляют в таких количествах, чтобы это соответствовало концентрации Ce в анализируемом растворе. Затем растворы доводят до нужного объема водой (4.5), определяя массу раствора взвешиванием, закрывают тест-трубку parafilm пленкой и перемешивают (см. таблицу 8).

Примечание - HF не добавляют.

Таблица 5 - Приготовление многоэлементного градуировочного раствора холостого опыта и многоэлементных градуировочных растворов Sn, Sb, Pb и Bi

Матричный раствор [b] Fe 10000мг/$дм^3$, $см^3$	HCl (4.1), $см^3$	HNO_3 (4.2), $см^3$	HF (4.3), $см^3$	Объем основных стандартных растворов [a] 1000 мг/$дм^3$, мкл	Объем мульти-стандарта$_{10}$, мкл	Объем мульти-стандарта$_{0,1}$, мкл	Концентрация каждого из элементов в градуировочном растворе, мкг/$дм^3$	Масса каждого из элементов, мг
10	3	1	0,5	0	0	0	0	0
10	3	1	0,5	50	0	0	500	50
10	3	1	0,5	20	0	0	200	20
10	3	1	0,5	0	1000	0	100	10
10	3	1	0,5	0	500	0	50	5
10	3	1	0,5	0	200	0	20	2
10	3	1	0,5	0	100	0	10	1
10	3	1	0,5	0	50	0	5	0,5
10	3	1	0,5	0	20	0	2	0,2
10	3	1	0,5	0	0	1000	1	0,1
10	3	1	0,5	0	0	500	0,5	0,05
10	3	1	0,5	0	0	200	0,2	0,02

[a] Четыре основных стандартных раствора Sn (4.16.1), Sb (4.16.2), Pb (4.16.4) и Bi (4.16.5).
[b] См. 4.17.

Таблица 6 – Приготовление градуировочного раствора холостого опыта на Ce и градуировочных растворов Ce

Матричный раствор [a] Fe 10000 мг/$дм^3$, $см^3$	HCl (4.1), $см^3$	HNO_3 (4.2), $см^3$	Объем основного стандартного раствора Ce (4.16.3), мкл	Объем стандартного раствора Ce — стандарт$_{10}$, мкл	Концентрация Ce в градуировочном растворе, мг/$дм^3$ M9/l	Масса Ce, мг
10	3	1	0	0	0	0
10	3	1	200	0	2000	200
10	3	1	100	0	1000	100
10	3	1	50	0	500	50
10	3	1	20	0	200	20

Окончание таблицы 6

Матричный раствор [a] Fe 10000 мг/дм^3, см^3	HCl (4.1), см^3	HNO_3 (4.2), см^3	Объем основного стандартного раствора Ce (4.16.3), мкл	Объем стандартного раствора Ce — стандарт$_{10}$, мкл	Концентрация Ce в градуировочном растворе, мг/дм^3 M9/l	Масса Ce, мг
10	3	1	0	1000	100	10
10	3	1	0	500	50	5
10	3	1	0	200	20	2
10	3	1	0	100	10	1
10	3	1	0	50	5	0,5
10	3	1	0	20	2	0,2

[a] См. 4.17.

Таблица 7 - Приготовление многоэлементого градуировочного раствора холостого опыта и многоэлементных градуировчных растворов на Sn, Sb, Pb and Bi

Матричный раствор [a] Fe 10000 мг/дм^3, см^3	HCl (4.1), см^3	HNO_3 (4.2), см^3	HF (4.3), см^3	Объем мульти-стандарта$_{10}$, мкл	Объем мульти-стандарта$_{0.1}$, мкл	Концентрация каждого из элементов в градуировочном растворе, мкг/дм^3	Масса каждого из элементов, мг
1,0	300	100	50	0	0	0	0
1,0	300	100	50	500	0	500	5,0
1,0	300	100	50	200	0	200	2,0
1,0	300	100	50	100	0	100	1,0
1,0	300	100	50	50	0	50	0,5
1,0	300	100	50	0	2000	20	0,2
1,0	300	100	50	0	1000	10	0,1
1,0	300	100	50	0	500	5	0,05
1,0	300	100	50	0	200	2	0,02
1,0	300	100	50	0	100	1	0,01
1,0	300	100	50	0	50	0,5	0,005

[a] См .4.17.

Таблица 8 - Приготовление градуировочного раствора холостого опыта на Ce и градуировочных растворов Ce

Матричный раствор [a] Fe 10000 мг/дм^3, см^3	HCl (4.1), см^3	HNO_3 (4.2), см^3	Объем стандартного раствора Ce — стандарта$_{10}$, мкл	Объем стандартного раствора Ce — стандарта$_{0.1}$, мкл	Концентрация Ce в градуировочном растворе, мг/дм^3	Масса Ce, мг
1,0	300	100	0	0	0	0
1,0	300	100	2000	0	2000	20,0
1,0	300	100	1000	0	1000	10,0
1,0	300	100	500	0	500	5,0
1,0	300	100	200	0	200	2,0
1,0	300	100	100	0	100	1,0
1,0	300	100	50	0	50	0,5
1,0	300	100	0	2000	20	0,2
1,0	300	100	0	1000	10	0,1
1,0	300	100	0	500	5	0,05
1,0	300	100	0	200	2	0,02

[a] См. 4. 17.

13 Подготовка прибора ИСП-МС к работе

Градуировка инструмента по массе, выполненная последовательным введением масс градуировочного раствора (4.18), имеет решающее значение для хорошей подготовки. В целях оптимизации сигнала детектора, вводят градуировочный раствор с концентрацией Sb 100 мкг/дм^3 во время настройки параметров работы прибора. Эти две процедуры следует проводить ежедневно.

До начала ИСП-МС измерений, система труб и стеклянных изделий прибора должна быть промыта, путем прокачивания через систему в течение 5 мин, промывного раствора (4.6).

14 ИСП- МС измерения

Начинают измерения с градуировочного раствора холостого опыта, затем измеряют пять градуировочных растворов, начиная с элемента самой низкой концентрации и заканчивая элементом самой высокой концентрации. Следующим измеряют раствор холостого опыта для анализируемых растворов (9.2), чтобы проверить значение холостого опыта для анализируемых образцов, а также определить, есть ли какой-нибудь эффект памяти от градуировочного раствора с наиболее высокой концентрацией. Если это так, то увеличивают время промывания между измерением образцов. После раствора холостого опыта измеряют десять анализируемых образцов и следующий градуировочный стандартный раствор (контрольный образец). Повторяют эту процедуру еще раз с десятью анализируемыми образцами и градуировочным стандартным раствором и так далее. Таким образом, каждый десятый образец должен быть градуировочным раствором (контрольным образцом) и последним измеряемым образцом должен быть градуировочный раствор, даже если измеренное количество анализируемых образцов менее десяти.

Концентрационная область элементов в градуировочных растворах должна охватывать концентрацию элементов в анализируемых образцах.

Примечание - Градуировочный стандартный раствор (контрольный образец) измеряют как и анализируемый образец, например, раствор концентрацией 100 мкг/дм^3 должен дать такую же интенсивность, как и полученную на градуировочной кривой. Сертифицированный стандартный образец (ГСО) также может быть использован в качестве контрольного образца.

15 Построение градуировочных графиков

Необходимо готовить новую градуировочную кривую для каждой серии определений. Холостой опыт, при использовании чистых металлов и реагентов, не должен вносить какого-либо значительного изменения в значения сигнала масс-спектра.

Градуировочный график (градуировочная кривая) должен быть построен по значениям интенсивности масс- спектров (обычно выраженных в отсчетах в секунду,cps) градуировочных растворов относительно массовых концентраций элементов в градуировочных растворах (мкг/дм^3). Значение холостого опыта вычитают. Кроме того, градуировочные кривые следует рассчитывать с использованием одного или двух внутренних стандартов, а массовые концентрации элементов должны быть в том же диапазоне, что и у анализируемого образца.

Построение гадуировочного графика и расчеты концентраций исследуемого образца проводят автоматически с помощью программного обеспечения прибора ИСП-МС. Линейность градуировочного графика должна быть проверена путем расчета коэффициента регрессии, и его значение должно быть не меньше 0,999.

Значение интенсивностей масс-спектров анализируемых образцов измеряют, вычитая значения холостого опыта. Значения концентрации элементов в анализируемых образцах находят по градуировочной кривой.

Если значение интенсивности на спектре холостого опыта такое же самая или выше, чем у градуировочных растворов и растворов проб, должны быть приняты меры предосторожности. В таком случае важно, чтобы значение интенсивности для холостого опыта было очень стабильным, так как это значение в дальнейшем вычитают. Высокое значение интенсивности на спектре холостого опыта может быть из-за взаимного влияния или нескольких влияний, которые могут быть уменьшены или даже полностью устранены, если выбрать другой изотоп. Однако, в случае моноизотопных элементов такой возможности нет и требуется более эффективный контроль фонового сигнала.

16 Представление результатов

16.1 Метод расчета

Концентрацию каждого определяемого элемента выражают через интенсивность (в секундах или миливольтах) анализируемого раствора и раствора холостого опыта соответственно. На градуировочном графике все результаты получают после вычитания результатов холостого опыта (раздел 15).

Массовую долю w каждого элемента, мкг/г расчитывают по формуле:

$$w = \frac{M}{m}, \quad (3)$$

где M — масса определяемого элемента (мкг) в анализируемом растворе, полученная из градуировочной кривой, мкг;

m — масса навески, г.

16.2 Прецизионность

Прецизионность настоящего метода была определена в результате испытаний, проведенных в десяти лабораториях на 10 – 12 уровнях содержаний для каждого элемента (в зависимости от определяемого элемента), прои этом, в каждой лаборатории выполняли по три определения (примечания 1 и 2) каждого элемента.

Примечание 1- Два из трех определений проводили в условиях повторяемости (ISO 5725-1, ISO 5725-2 и ISO 5725-3), то есть — один оператор, то же самое оборудование в идентичных условиях эксплуатации, так же градуировка и минимальный период времени.

Примечание 2 - Третье определение было выполнено в другое время (на другой день) тем же оператором, как указано выше, в примечании 1, с использованием того же оборудования, но с новой градуировкой.

Из трех полученных результатов в соответствии с примечаниями 1 и 2, повторяемость r, внутрилабораторная воспроизводимость R_w и воспроизводимость R были рассчитаны в соответствии с ИСО 5725-3 (приложение С, раздел С.1.).

Образцы, использованные для испытаний, перечислены в таблице А.1 для Sn, в таблицах А.2 и А.3 - для Sb, в таблицах А.4 и А.5 – для Ce, в таблицах А.6 и А.7 - для Pb и в таблицах А.8 и А.9 - для Bi. Таблицы представлены вместе с логарифмическими графиками пяти исследованных элементов (приложение А).

Полученные результаты обрабатывали статистически в соответствии с ИСО 5725-1, ИСО 5725-2 и ИСО 5725-3.

Полученные данные показали логарифмическую зависимость между массовой долей пяти элементов и соответственно: повторяемостью r, воспроизводимостью R и внутрилабораторной воспроизводимостью R_w результатов испытаний. Данные приведены в таблицах: 9 -для Sn, в таблице 10 - для Sb, в таблице 11- для Ce, в таблице 12 - для Pb и в таблице 13 - для Bi.

Таблица 9 – Повторяемость и воспроизводимость для Sn

Массовая доля олова, мкг/г	Повторяемость, r, %	Внутрилабораторная воспроизводимость, R_w, %	Воспроизводимость, R, %
5	0,77	1,96	3,18
10	1,33	3,16	5,74
30	3,13	6,72	14,63
50	4,66	9,55	22,60
100	8,00	15,39	40,78
150	10,97	20,33	57,59
200	13,73	24,78	73,57

Таблица 10 - Повторяемость и воспроизводимость для Sb

Массовая доля сурьмы, мкг/г	Повторяемость, R, %	Внутрилабораторная воспроизводимость, R_w, %	Воспроизводимость, R, %
1	0,14	0,32	0,57
5	0,56	1,35	2,42
10	1,01	2,52	4,50
20	1,82	4,72	8,36
40	3,28	8,82	15,56
70	5,27	14,61	25,68
100	7,15	20,15	35,34
150	10,09	29,06	50,80
200	12,89	37,66	65,73

Таблица 11 - Повторяемость и воспроизводимость для Ce

Массовая доля церия, мкг/г	Повторяемость, r	Внутрилабораторная воспроизводимость, R_w	Воспроизводимость, R
10	0,92	1,07	4,19
40	2,65	3,72	13,97
70	4,05	6,15	22,71
100	5,32	8,47	30,96
200	9,02	15,78	56,52
300	12,29	22,70	80,38
500	18,14	35,91	125,56
700	23,44	48,56	167,78
1 000	30,76	66,89	228,69

Таблица 12 - Повторяемость и воспроизводимость для Pb

Массовая доля свинца, мкг/г	Повторяемость, r, %	Внутрилабораторная воспроизводимость, R_w, %	Воспроизводимость, R, %
0,5	0,12	0,32	0,42
1	0,20	0,52	0,78
2	0,35	0,85	1,44
4	0,60	1,38	2,65
7	0,94	2,03	4,35
10	1,24	2,61	5,95
20	2,15	4,23	10,97
50	4,43	8,00	24,60
100	7,67	12,98	45,32

Таблица 13 - Повторяемость и воспроизводимость для Bi

Массовая доля висмута, мкг/г	Повторяемость, r, %	Внутрилабораторная воспроизводимость, R_w, %	Воспроизводимость, R, %
0,3	0,05	0,07	0,12
0,6	0,10	0,14	0,25
1	0,14	0,23	0,42

Окончание таблицы 13

Массовая доля висмута, мкг/г	Повторяемость, r, %	Внутрилабораторная воспроизводимость, R_w, %	Воспроизводимость, R, %
2	0,26	0,44	0,88
6	0,63	1,24	2,81
10	0,96	2,00	4,83
20	1,70	3,84	10,05
30	2,37	5,62	15,43

17 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

а) все сведения, необходимые для идентификации образца, лаборатории и даты проведения анализов;

б) Ссылку на настоящий стандарт;

с) результаты испытаний и форму, их представления;

г) любые отклонения и особенности, имевшие место в процессе определения;

е) любые операции, не указанные в настоящем стандарте или любые дополнительные операции, которые могут повлиять на результаты.

Приложение А
(справочное)

Дополнительная информация о проведенных международных испытаниях

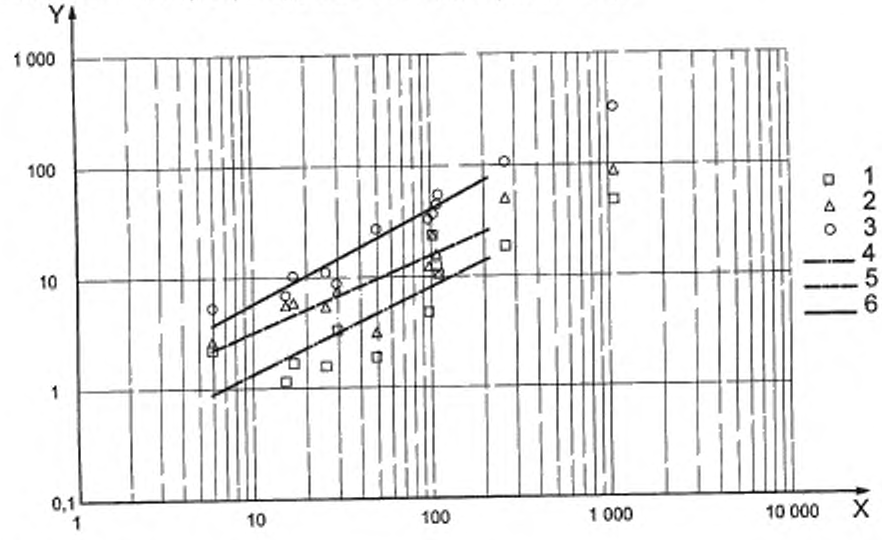
Графические данные прецизионности представлены на рисунках: А.1 - для Sn, А.2 - для Sb, А.3 - для Ce, А.4 - для Pb, на рисунке А.5 - для Bi в согласовании с таблицей А.1 (Sn), таблицами А.2 и А.3 (Sb), таблицами А.4 и А.5 (Ce), таблицами А.6 и А.7 (Pb), а также таблицами А.8 и А.9 (Bi) соответственно.

Исследования были выполнены так, чтобы полностью охватить концентрационную область от 1 до 1000 мкг/г применительно к диапазону концентраций для пяти определяемых элементов соответственно, приведенных в разделе 1 настоящего стандарта.

Не все сертифицированные стандартные образцы (CRMs) были использованы для каждого элемента, более того имеются несертифицированные значения или приблизительные значения в сертифицированных образцах (CRM), эти значения помечены знаком «?».

Значения, представленные в таблицах А.1 - А.9, получены в результате проведения международных испытаний в 2001 - 2005 годах на 12 образцах стали и 5 спайк-образцах стали в 10 лабораториях 6 стран.

Использованные образцы перечислены в таблицах А.1 – А.9.



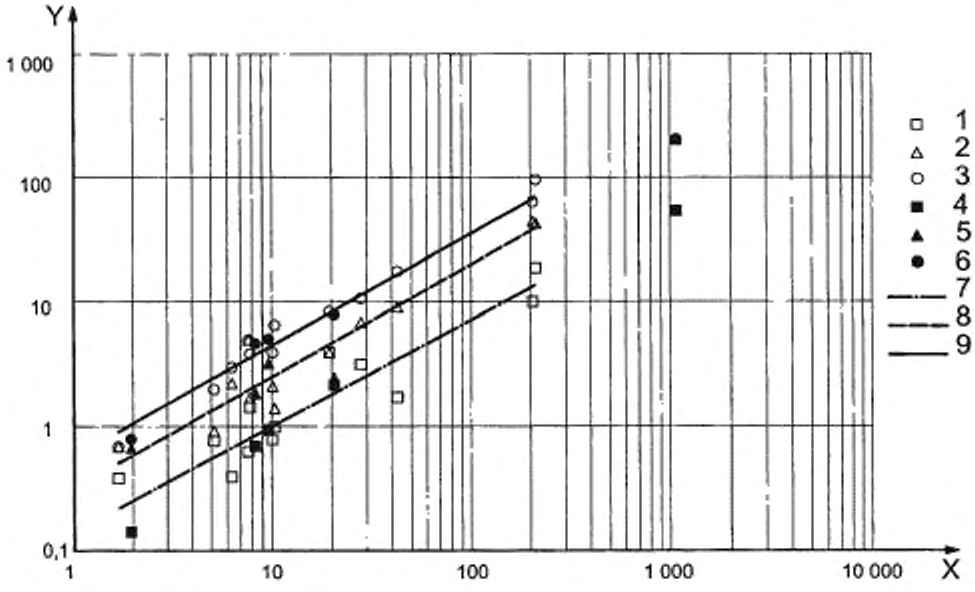
X – массовая доля Sn, мкг/г
Y – прецизионность, мкг/г
1 – аутентичный – r;
2 – аутентичный – Rw;
3 – аутентичный – R;
4 – r;
5 – Rw;
6 – R;

Рисунок А.1 — Логарифмическая зависимость между массовой долей олова и повторяемостью или воспроизводимостью

Таблица А.1 - Массовая доля Sn — аутентичные образцы

В миликилограммах на грамм

Идентификация образцов	Сертифицированное значение	Полученное среднее значения	Повторяемость r	Внутрилабораторноая воспроизводимость R_w	Воспроизводимость R
ECRM 090-1, BAS углеродистая сталь (WG53-1)	44	49,2	1,86	3,14	26,95
ECRM 295-1, BAS Высоколегированная сталь (WG53-2)	25	29,7	3,28	7,50	8,83
ECRM 179-2, BAS Инструментальная сталь (WG53-3)	?	102	23,60	23,60	36,57
ECRM 188-1, IRSID Низколегированная сталь (WG53-4)	?	15,2	1,14	5,57	6,98
JK1C, JK/SIMR Низколегированный чугун (WG53-5)	24	25,6	1,56	5,40	11,05
JK37, JK/ SIMR Высоколегированная сталь (WG53-6)	20	16,9	1,67	5,91	10,19
NIST 361 (AIS14340) Низколегированная сталь (WG53-7)	100	97,2	4,73	12,33	32,85
ECRM 187-1, BAM Низколегированная сталь (WG53-8)	110	110	10,43	10,43	54,49
GBW01222,SBQTS Углеродистая сталь (WG53-9)	260	264	18,62	50,53	106,04
GBW01619, SBQTS Высокотемпературный сплав на никелевой основе (WG53-14)	103	107	12,38	15,92	44,47
GBW01622, SBQTS Высокотемпературный сплав на никелевой основе (WG53-15)	1040	1072	47,78	87,37	328,81
JSS 175-5, ISIJ Низколегированная сталь (WG53-17)	?	5,92	2,20	2,65	5,34



X – массовая доля Sb, мкг/г;
Y – прецизионность, мкг/г;
1 – аутентичный – r;
2 – аутентичный - R_w,
3 – аутентичный – R;
4 – спайк – r;
5 – спайк - R_w6 – спайк – R;
7 – r;
8 - R_w;
9 – R;

Рисунок А.2— Логарифмическая зависимость между массовой долей сурьмы и повторяемостью или воспроизводимостью

Таблица А.2 - Массовая доля Sb — аутентичные образцы

В милликилограммах на грамм

Идентификация образцов	Сертифицированное значение	Полученное среднее значения	Повторяемость r	Внутрилабораторноая воспроизводимость R_w	Воспроизводимость R
ECRM 090-1, BAS углеродистая сталь (WG53-1)	9,0	10,3	0,99	1,40	6,52
ECRM 295-1, BAS Высоколегированная сталь (WG53-2)	25	7,8	1,43	1,71	3,83
ECRM 179-2, BAS Инструментальная сталь (WG53-3)	17,5	19,5	3,94	3,94	8,39
ECRM 188-1, IRSID Низколегированная сталь (WG53-4)	4,8	5,15	0,77	0,92	1,98
JK1C, JK/SIMR Низколегированный чугун (WG53-5)	1,7	1,69	0,38	0,69	0,69

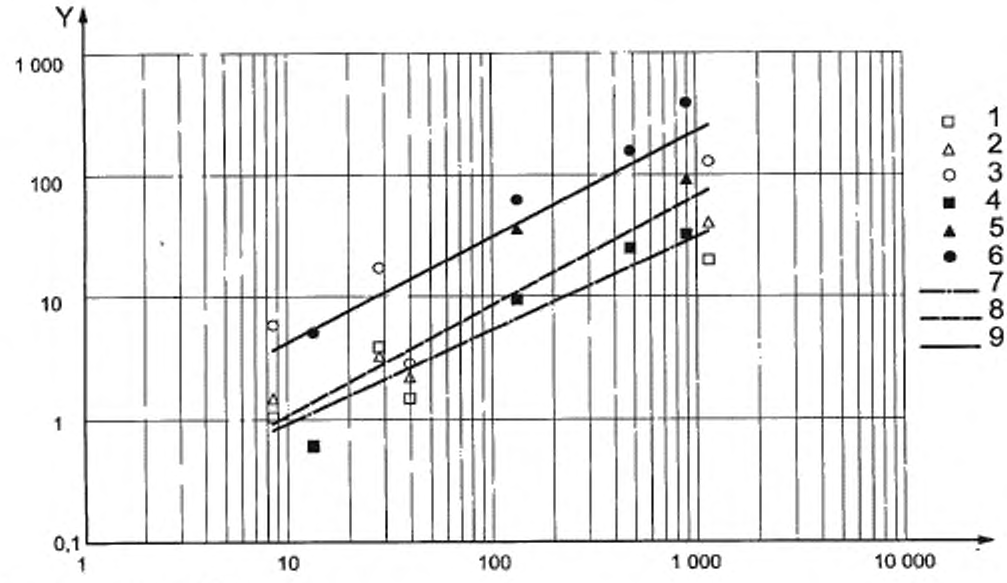
Окончание таблицы А.2

Идентификация образцов	Сертифицированное значение	Полученное среднее значения	Повторяемость r	Внутрилабораторноая воспроизводимость R_w	Воспроизводимость R
JK37, JK/ SIMR Высоколегированная сталь (WG53-6)	20	16,9	1,67	5,91	10,19
NIST 361 (AIS14340) Низколегированная сталь (WG53-7)	42	42,7	1,71	9,10	17,51
ECRM 187-1, BAM Низколегированная сталь (WG53-8)	?	28,1	3,15	6,87	10,62
GBW01222,SBQTS Углеродистая сталь (WG53-9)	?	10,1	0,78	2,11	3,91
GBW01619, SBQTS Высокотемпературный сплав на никелевой основе (WG53-14)	204	212	18,57	42,57	95,39
GBW01622, SBQTS Высокотемпературный сплав на никелевой основе (WG53-15)	7,4	7,66	0,63	4,97	4,97
JSS 175-5, ISIJ Низколегированная сталь (WG53-17)	190	204	10,00	43,83	63,40

Таблица А.3 – Массовая доля Sb — спайк - образцы

В милликилограммах на грамм

Идентификация образцов	Сертифицированное значение	Полученное среднее значения	Повторяемость r	Внутрилабораторноая воспроизводимость R_w	Воспроизводимость R
ECRM 295-1, BAS Высоколегированная сталь Спайк 1b (WG53-2)	7	9,61	0,94	3,23	5,02
ECRM 179-2, BAM Инструментальная сталь Спайк 2b (WG53-3)	17,5	20,6	2,15	2,47	7,93
JK1C, JK/SIMR Низколегированный чугун Спайк 3b (WG53-5)	1,7 +1 000	1 080	53,56	204,12	204,12
GBW01622, SBQTS Высокотемпературный сплав на никелевой основе Спайк 4b (WG53-15)	7,4	8,3	0,69	1,85	4,65
JSS 175-5, ISIJ Низколегированная сталь Спайк 5b (WG53-17)	1,7	1,95	0,14	0,67	40,79



X – массовая доля Ce, мкг/г;
Y – прецизионность, мкг/г;
1 – аутентичный – r;
2 – аутентичный - R_w;
3 – аутентичный – R;
4 – спайк – r;
5 – спайк - R_w;
6 – спайк – R;
7 – r;
8 – R_w;
9 - R

Рисунок А.3 — Логарифмическая зависимость между массовой долей церия и повторяемостью или воспроизводимостью

Таблица А.4 – Массовая доля Ce — спайк - образцы

В милликилограммах на грамм

Идентификация образцов	Сертифицированное значение	Полученные среднее значения	Повторяемость r	Внутрилабораторная воспроизводимость R_w	Воспроизводимость R
ECRM 090-1, BAS углеродистая сталь (WG53-1)	< 0,045	-	-	-	-
ECRM 295-1, BAS Высоколегированная сталь (WG53-2)	?	-	-	-	-
ECRM 179-2, BAS Инструментальная сталь (WG53-3)	?	-	-	-	-
ECRM 188-1, IRSID Низколегированная сталь (WG53-4)	?	-	-	-	-
JK1C, JK/SIMR Низколегированный чугун (WG53-5)	< 0,2	-	-	-	-

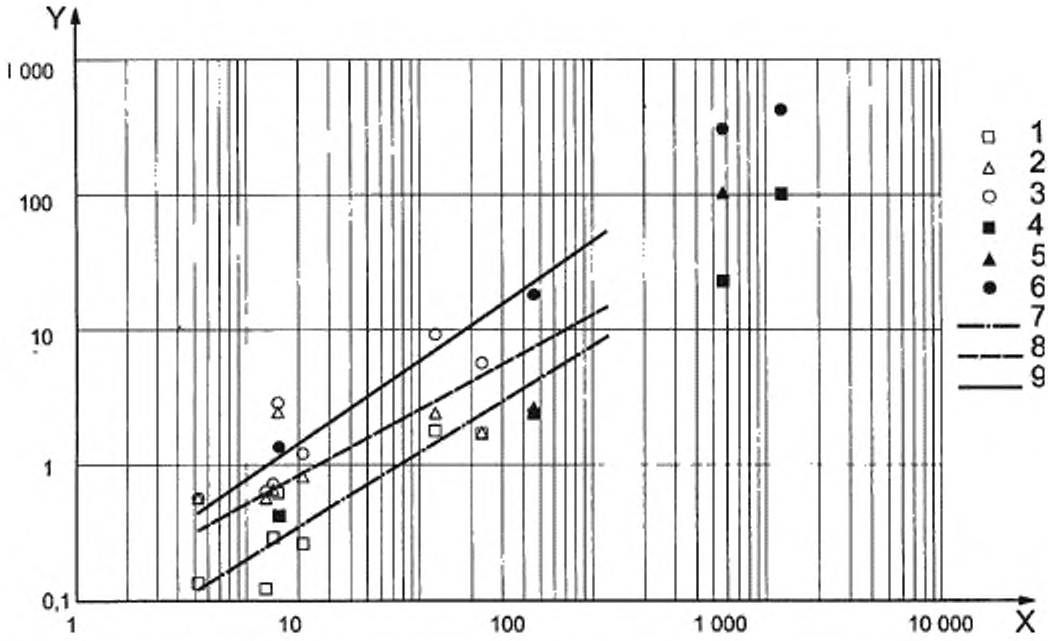
Окончание таблицы А.4

Идентификация образцов	Сертифицированное значение	Полученные среднее значения	Повторяемость r	Внутрилабораторная воспроизводимость R_w	Воспроизводимость R
JK37, JK/ SIMR Высоколегированная сталь (WG53-6)	1230	1150	19,83	40,87	128,15
NIST 361 (AIS14340) Низколегированная сталь (WG53-7)	40	39,52	1,48	2,22	2,83
ECRM 187-1, BAM Низколегированная сталь (WG53-8)	?	-	-	-	-
GBW01222,SBQTS Углеродистая сталь (WG53-9)	8,5	7,33	1,11	1,20	7,86
GBW01619, SBQTS Высокотемпературный сплав на никелевой основе (WG53-14)	83	64,3	56,00	56,00	61,98
GBW01622, SBQTS Высокотемпературный сплав на никелевой основе (WG53-15)	0,36	-	-	-	-
JSS 175-5, ISIJ Низколегированная сталь (WG53-17)	?	-	-	-	-

Таблица А.5 – Массовая доля Ce — спайк образцы

В милликилограммах на грамм

Идентификация образцов	Сертифицированное значение	Полученные среднее значения	Повторяемость r	Внутрилабораторная воспроизводимость R_w	Воспроизводимость R
ECRM 295-1, BAS Высоколегированная сталь Спайк 1b (WG53-2)	? + 110	133	9,39	36,05	62,62
ECRM 179-2, BAM Инструментальная сталь Спайк 2b (WG53-3)	< 0,3 +11	12,6	0,59	2,25	8,31
JK1C, JK/SIMR Низколегированный чугун Спайк 3b (WG53-5)	< 0,2 + 0,1	-	-	-	-
GBW01622, SBQTS Высокотемпературный сплав на никелевой основе Спайк 4b (WG53-15)	? + 400	477	24,99	24,99	157,25
JSS 175-5, ISIJ Низколегированная сталь Спайк 5b (WG53-17)	< 0,2 + 800	896	32,50	92,00	389,06



X – массовая доля Pb, мкг/г ;
Y – прецизионность, мкг/г;
1 – аутентичный – r;
2 – аутентичный - R_w;
3 – аутентичный – R;
4 – спайк – r;
5 – спайк - R_w;
6 – спайк – R;
7 – r;
8 - R_w;
9 – R;

Рисунок А.4 — Логарифмическая зависимость между массовой долей свинца и повторяемостью или воспроизводимостью

Таблица А.6 – Массовая доля Pb — аутентичные образцы

В милликилограммах на грамм

Идентификация образцов	Сертифицированное значение	Полученные среднее значения	Повторяемость r	Внутрилабораторная воспроизводимость R_w	Воспроизводимость R
ECRM 090-1, BAS углеродистая сталь (WG53-1)	23,9	22,8	1,70	1,75	5,71
ECRM 295-1, BAS Высоколегированная сталь (WG53-2)	?	-	-	-	-
ECRM 179-2, BAS Инструментальная сталь (WG53-3)	1,3	1,43	0,29	0,65	0,72
ECRM 188-1, IRSID Низколегированная сталь (WG53-4)	< 1	-	-	-	-

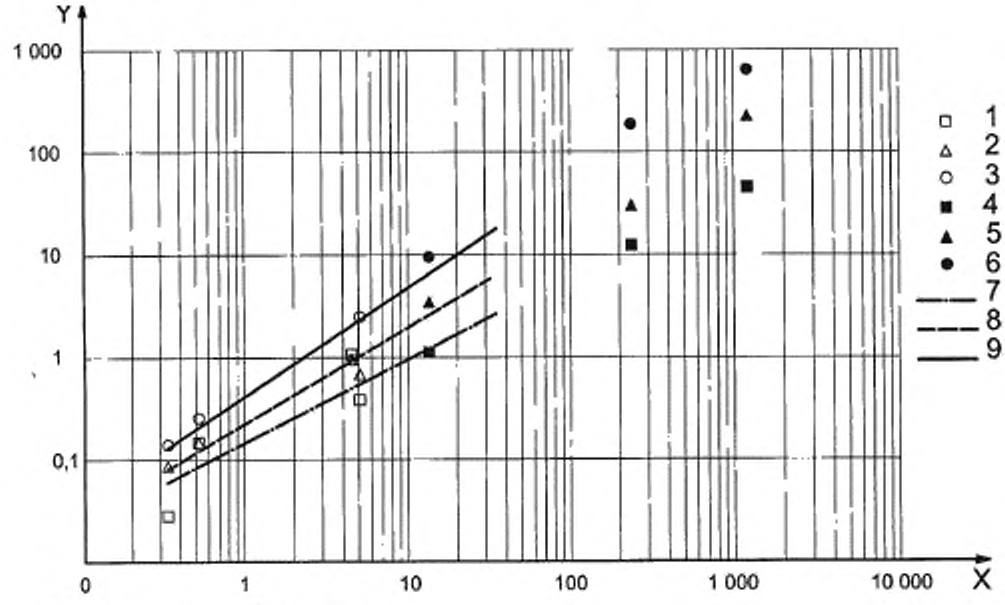
Окончание таблицы А.6

Идентификация образцов	Сертифицированное значение	Полученные среднее значения	Повторяемость r	Внутрилабораторная воспроизводимость R_w	Воспроизводимость R
JK1C, JK/SIMR Низколегированный чугун (WG53-5)	< 0,3	-	-	-	-
JK37, JK/ SIMR Высоколегированная сталь (WG53-6)	1,29	1,30	0,12	0,56	0,63
NIST 361 (AIS14340) Низколегированная сталь (WG53-7)	0,25	-	-	-	-
ECRM 187-1, BAM Низколегированная сталь (WG53-8)	?	0,52	0,13	0,57	0,57
GBW01222,SBQTS Углеродистая сталь (WG53-9)	?	-	-	-	-
GBW01619, SBQTS Высокотемпературный сплав на никелевой основе (WG53-14)	12	12,3	1,79	2,43	9,32
GBW01622, SBQTS Высокотемпературный сплав на никелевой основе (WG53-15)	2,2	1,52	0,62	2,46	2,89
JSS 175-5, ISIJ Низколегированная сталь (WG53-17)	?	2,12	0,26	0,82	1,21

Таблица А.7 – Массовая доля Pb – спайк-образцы

В милликилограммах на грамм

Идентификация образцов	Сертифицированное значение	Полученные среднее значения	Повторяемость r	Внутрилабораторная воспроизводимость R_w	Воспроизводимость R
ECRM 295-1, BAS Высоколегированная сталь Спайк 1b (WG53-2)	? + 40	45,7	2,39	2,67	18,48
ECRM 179-2, BAM Инструментальная сталь Спайк 2b (WG53-3)	1,3	1,55	0,42	0,42	1,36
JK1C, JK/SIMR Низколегированный чугун Спайк 3b (WG53-5)	< 0,3 + 0,1	-	-	-	-
GBW01622, SBQTS Высокотемпературный сплав на никелевой основе Спайк 4b (WG53-15)	2,2 + 540	567	23,17	102,86	307,30
JSS 175-5, ISIJ зколегированная сталь айк 5b (WG53-17)	< 0,3 + 1100	1230	101,76	101,76	424,71



X – массовая доля Bi, мкг/г;
Y – прецизионность, мкг/г;
1 – аутентичный – r;
2 – аутентичный - R_w;
3 – аутентичный – R;
4 – спайк – r;
5 – спайк - R_w;
6 – спайк – R;
7 – r;
8 - R_w;
9 – R;

Рисунок А.5 — Логарифмическая зависимость между массовой долей висмута и повторяемостью или воспроизводимостью

Таблица А.8 – Массовая доля Bi — аутентичные образцы

В милликилограммах на грамм

Идентификация образцов	Сертифицированное значения	Полученные среднее значения	Повторяемость r	Внутрилабораторная воспроизводимость R_w	Воспроизводимость R
ECRM 090-1, BAS углеродистая сталь (WG53-1)	< 0,2	-	-	-	-
ECRM 295-1, BAS Высоколегированная сталь (WG53-2)	?	-	-	-	-
ECRM 179-2, BAS Инструментальная сталь (WG53-3)	< 0,3	-	-	-	-
ECRM 188-1, IRSID Низколегированная сталь (WG53-4)	< 0,2	-	-	-	-
JK1C, JK/SIMR Низколегированный чугун (WG53-5)	< 0,1	-	-	-	-

Окончание таблицы А.8

Идентификация образцов	Сертифицированное значения	Полученные среднее значения	Повторяемость r	Внутрилабораторная воспроизводимость R_w	Воспроизводимость R
JK37, JK/ SIMR Высоколегированная сталь (WG53-6)	0,32	0,33	0,03	0,09	0,14
NIST 361 (AIS14340) Низколегированная сталь (WG53-7)	4	5,10	0,39	0,69	2,50
ECRM 187-1, BAM Низколегированная сталь (WG53-8)	?	-	-	-	-
GBW01222,SBQTS Углеродистая сталь (WG53-9)	?	-	-	-	-
GBW01619, SBQTS Высокотемпературный сплав на никелевой основе (WG53-14)	4,2	4,54	1,08	0,96	0,96
GBW01622, SBQTS Высокотемпературный сплав на никелевой основе (WG53-15)	0,5	0,52	0,15	0,15	0,26
JSS 175-5, ISIJ Низколегированная сталь (WG53-17)	?	2,12	0,26	0,82	1,21

Таблица А.9 – Массовая доля Bi — спайк-образцы

В милликилограммах на грамм

Идентификация образцов	Сертифицированное значения	Полученные среднее значения	Повторяемость r	Внутрилабораторная воспроизводимость R_w	Воспроизводимость R
ECRM 295-1, BAS Высоколегированная сталь Спайк 1b (WG53-2)	? + 200	237	12,40	30,20	185,65
ECRM 179-2, BAM Инструментальная сталь Спайк 2b (WG53-3)	< 0,1 + 0,1	13,5	1,12	3,48	9,62
JK1C, JK/SIMR Низколегированный чугун Спайк 3b (WG53-5)	< 0,1 + 0,1	-	-	-	-
GBW01622, SBQTS Высокотемпературный сплав на никелевой основе Спайк 4b (WG53-15)	? 0,5	-	-	-	-
JSS 175-5, ISIJ Низколегированная сталь Спайк 5b (WG53-17)	< 0,1 + 1000	1210	45,45	223,75	635,71

Приложение В
(справочное)

Изотопы, мешающие определению элементов Sn, Sb, Ce, Pb и Bi с использованием метода ИСП-МС

Изотоп	Влияние
^{116}Sn	^{116}Cd, $^{100}MoO^{+}$, $^{232}Th^{2+}$
^{117}Sn	$^{100}MoO^{+}$, $^{238}U^{2+}$, $^{40}Ar^{77}Se^{+}$
^{118}Sn	$^{102}RuO^{+}$, $^{102}PdO^{+}$, $^{40}Ar^{78}Se^{+}$
^{119}Sn	$^{103}RhO^{+}$
^{120}Sn	$^{104}PdO^{+}$, $^{104}RuO^{+}$,($^{120}Te^{+}$)
^{122}Sn	$^{124}Te^{+}$, $^{106}PdO^{+}$
^{124}Sn	$^{124}Te^{+}$, $^{108}PdO^{+}$, $^{124}Xe^{+}$
^{121}Sb	$^{105}PdO^{+}$
^{123}Sb	^{123}Te, $^{107}AgO^{+}$
^{140}Ce	
^{142}Ce	
^{204}Pb	$^{204}Hg^{+}$
^{206}Pb	
^{207}Pb	$^{191}IrO^{+}$
^{208}Pb	
^{209}Bi	$^{193}IrO^{+}$

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 648 – 1977	MOD	ГОСТ 29169 – 91 (ИСО 648 – 77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой
ИСО 1042 : 1998	IDT	*
ИСО 5725 – 1 : 1994	IDT	ГОСТ Р ИСО 5725 – 1 – 2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
ИСО 5725 – 2 : 1994	IDT	ГОСТ Р ИСО5725 – 2 – 2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений
ИСО 5725 – 3 : 1994	IDT	ГОСТ Р ИСО 5725 -3 –2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений
ИСО 14284 : 1996	IDT	ГОСТ Р ИСО 14284- 2009 Сталь и чугун. Отбор и подготовка образцов для определения химического состава

Примечание - В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:
– IDT – идентичные стандарты;
– MOD – модифицированные стандарты

УДК 669.14:620.2:006.354 ОКС 77.080.20.

Ключевые слова: сталь, чугун, определение содержания олова, сурьмы, церия, свинца, висмута, масспектрометрический метод с индуктивно связанной с плазмой

Подписано в печать 01.04.2015. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 3,72. Тираж 31 экз. Зак. 1479.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru