ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 15349-2— 2017

СТАЛИ НЕЛЕГИРОВАННЫЕ

Определение низкого содержания углерода

Часть 2

Метод поглощения в инфракрасной области после сжигания в индукционной печи (с предварительным нагревом)

(ISO 15349-2:1999, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

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

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 мая 2017 г. № 368-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 15349-2:1999 «Сталь нелегированная. Определение низкого содержания углерода. Часть 2. Метод поглощения в инфракрасной области после сжигания в индукционной печи (с предварительным нагревом)» (ISO 15349-2:1999 «Unalloyed steel — Determination of low carbon content — Part 2: Infrared absorption method after combustion in induction furnace (with preheating)», IDT)

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2017

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Реактивы 2
5 Аппаратура 3
6 Пробоотбор и подготовка анализируемых образцов 3
7 Проведение анализа 3
8 Обработка результатов 5
Приложение А (справочное) Технические характеристики промышленных высокочастотных индукционных печей и инфракрасных анализаторов углерода 7
Приложение В (справочное) Дополнительная информация о международных совместных испытаниях 8
Приложение С (справочное) Графическое представление точностных данных 10
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным и межгосударственным стандартам 11

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СТАЛИ НЕЛЕГИРОВАННЫЕ

Определение низкого содержания углерода

Часть 2

Метод поглощения в инфракрасной области после сжигания в индукционной печи (с предварительным нагревом)

Unalloyed steel. Determination of low carbon content. Part 2. Infrared absorption method after combustion in induction furnace (with preheating)

Дата введения — 2018—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод инфракрасной абсорбционной спектроскопии после сжигания навески образца в индукционной печи для определения низких содержаний углерода в нелегированных сталях.

Метод применим для определения содержаний углерода в диапазоне от 0,0003 % до 0,010 % (масс.).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ISO 648:1977 Laboratory glassware — One-mark pipettes (Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой)

ISO 1042:1998 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks (Посуда лабораторная стеклянная. Колбы мерные с одной меткой)

ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

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

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 (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости 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 (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений)

ISO 14284—1996 Steel and iron — sampling and preparation of samples for determination of chemical compostion (Сталь и чугун. Отбор и подготовка образцов для определения химического состава)

3 Сущность метода

Предварительное нагревание навески при невысокой температуре и сжигание навески с плавнем при высокой температуре в индукционной печи в потоке чистого кислорода. Превращение углерода

Издание официальное

в диоксид и/или в монооксид углерода. Измерение поглощения инфракрасного излучения диоксидом углерода или диоксидом/монооксидом углерода, выделяющегося в процессе сжигания из навески стали и переносимого потоком кислорода. Градуировочный график строят, используя сахарозу или карбонат кальция в качестве стандартного вещества.

4 Реактивы

В ходе анализа, если не указано иное, используют реактивы только признанного аналитического качества и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты в соответствии с требованиями ИСО 3696.

4.1 Вода, свободная от диоксида углерода

Воду кипятят в течение 30 мин, затем 15 мин пропускают через нее кислород (4.2) во время охлаждения воды до комнатной температуры. Воду готовят непосредственно перед использованием.

4.2 Кислород с чистотой не менее 99,95 % (масс.)

Кислород, если предполагается наличие в нем загрязнений в виде органических веществ, предварительно пропускают через трубку, нагретую до температуры свыше 450 °С и заполненную оксидом меди(II) или платиной в качестве катализатора окисления загрязнений, затем через очистительную систему.

4.3 Железо чистое, с известным, очень низким содержанием углерода, менее 0,0003 % (масс.).

4.4 Растворитель, подходящий для отмывания анализируемых образцов от масла и грязи, например ацетон.

4.5 Плавни, медные чешуйки (см. примечание 1) или смесь оловянных шариков (гранул) и гранулированного вольфрама (см. примечание 2) с известным очень низким содержанием углерода, менее 0,0003 % (масс.).

Примечания

1 Медные чешуйки (массой примерно 0,1 г/шт.) следует использовать после следующей обработки: нагревают медные чешуйки при температуре от 450 °С до 600 °С в течение 10 мин в токе кислорода или воздуха и охлаждают в эксикаторе с притертой крышкой без смазки. Эту обработку выполняют непосредственно перед использованием.

2 Кусочки олова (массой примерно 0,2 г/шт.) и гранулированный вольфрам (применяют только марки LECOCEL I) следует использовать после следующей обработки: нагревают вольфрам при температуре от 450 °С до 600 °С в течение 10 мин в токе кислорода или воздуха и охлаждают в эксикаторе с притертой крышкой без смазки.

4.6 Эталонные вещества

4.6.1 Сахароза, стандартный раствор.

Взвешивают с точностью 0,1 мг семь навесок сахарозы ($C_{12}H_{22}O_{11}$), как указано в таблице 1. Сахарозу аналитической степени качества, для приготовления стандартных растворов, предварительно просушивают при температуре 100 °С — 105 °С в течение 2,5 ч и охлаждают в эксикаторе. Навески переносят в семь стаканов вместимостью 100 см^3. Приливают по 30 см^3 воды (4.1) для растворения, растворы количественно переносят в семь мерных колб с одной меткой вместимостью 100 см^3, разбавляют водой (4.1) до метки и перемешивают.

Таблица 1 — Стандартные растворы сахарозы

Номер стандартного раствора	Масса сахарозы, г	Соответствующая масса углерода, мкг	Массовая доля углерода в 1 г навески, %
1	0[a]	0	0
2	0,0100	4,21	0,00042
3	0,0250	10,53	0,00105
4	0,0600	25,26	0,00253
5	0,1200	50,53	0,00505
6	0,1800	75,79	0,00758
7	0,2400	101,1	0,01011

[a] Нулевой член.

4.6.2 Кальция карбонат

Высушивают карбонат кальция, с содержанием основного вещества не менее 99,9 %, при температуре 180 °С в течение 1 ч, охлаждают и перед использованием хранят в эксикаторе.

4.7 Магния перхлорат, $Mg(ClO_4)_2$, порошок с размером частиц от 0,7 до 1,2 мм.

4.8 Инертная керамика (аттапульгитовая глина), пропитанная гидроксидом натрия с размером частиц от 0,7 до 1,2 мм.

5 Аппаратура

В ходе анализа, если не указано другое, используют только обычное лабораторное оборудование. Вся лабораторная стеклянная посуда должна быть класса А, в соответствии с ИСО 648 или ИСО 1042, по необходимости. Аппаратуру, требуемую для сжигания в высокочастотной индукционной печи и последующего измерения абсорбции инфракрасного излучения диоксидом и/или монооксидом углерода, можно приобрести у ряда производителей.

5.1 Керамический тигель, способный выдерживать температуру сжигания в индукционной печи.

Тигли прокаливают непосредственно перед использованием не менее 2 ч в электрической печи в потоке кислорода или воздуха при температуре свыше 1200 °С и хранят их в эксикаторе.

5.2 Оловянная капсула, имеющая примерно 6 мм в диаметре, высоту — 18 мм, массу — 0,3 г и объем примерно — 0,4 $см^3$.

Капсулы перед использованием обрабатывают следующим образом: промывают в соляной кислоте ($\rho_{20} \approx 1{,}19$ $г/см^3$, разбавленной 1:1) при частом встряхивании в течение 5 мин, затем тщательно промывают водой и высушивают. Хранят их в чистом стеклянном сосуде.

5.3 Фильтр из стекловолокна, 21 мм в диаметре (например, фильтр Ватмана GF/F)

Фильтры из стекловолокна перед использованием подвергают температурной обработке в диапазоне от 500 °С до 550 °С в течение ≥ 30 мин на воздухе, потом охлаждают в эксикаторе с притертой крышкой, без смазки. Хранят в чистом стеклянном сосуде.

5.4 Микропипетки вместимостью 100 мкл, предельная ошибка измерения должна быть менее 1 мкл.

5.5 Микровесы с точностью взвешивания 0,1 мкг.

5.6 Печь муфельная или с проволочной обмоткой с регулируемой температурой от 400 °С до 500 °С.

6 Пробоотбор и подготовка анализируемых образцов

Пробоотбор и подготовка образцов должны выполняться по ГОСТ Р ИСО 14284. Готовят анализируемые образцы с размером частиц в диапазоне 0,75—2,0 мм.

7 Проведение анализа

Предупреждение — Необходима осторожность в процессе анализа из-за возможности получения ожога при предварительном прокаливании тиглей и сжигания навески. Необходимо использовать щипцы при работе с тиглями и подходящие контейнеры для использованных тиглей. Принимать обычные меры предосторожности при работе с кислородными баллонами. Кислород, используемый в процессе сжигания, должен эффективно удаляться из системы, иначе высокая концентрация кислорода в замкнутом пространстве может спровоцировать воспламенение.

7.1 Общие положения

Очищают кислород, пропуская его через трубку, заполненную инертной керамикой (аттапульгитовой глиной), пропитанной гидроксидом натрия (4.8) и перхлоратом магния (4.7) и останавливают поток кислорода в режиме ожидания. Применяют фильтр из стекловаты или сетку из нержавеющей стали в качестве пылеуловителя. Очищают и заменяют фильтры по мере необходимости. Камеру сжигания, опорную стойку и фильтр-уловитель периодически очищают от накапливающегося оксида. Все части оборудования должны быть выведены на рабочий режим (стабилизированы) в течение времени, указанного производителем, после внезапного отключения от электропитания или после нахождения прибора в нерабочем состоянии в течение довольно длительного времени. После очистки камеры горения

и/или смены фильтров или после отключения оборудования на какой-то период оборудование перед проведением анализа приводят в стабильное рабочее состояние путем сжигания нескольких образцов, подобных анализируемым образцам. Пропускают поток кислорода для промывания системы и настраивают контрольно-измерительную систему прибора на нулевое показание. Если используемый прибор отрегулирован показывать результаты измерения, непосредственно в массовых долях углерода (%), то настраивают инструментальные показания для каждого градуировочного диапазона следующим образом. Подбирают аттестованный стандартный образец, содержащий углерод в количестве, близком к максимальному содержанию углерода в градуировочной серии, и измеряют содержание углерода в стандартном образце по процедуре, приведенной в 7.4. Устанавливают показание прибора на аттестованное значение стандартного образца.

Примечание — Эта регулировка должна быть выполнена до измерений градуировочной серии, как указано в 7.5. Она не может заменять или корректировать результаты измерений градуировки.

7.2 Навеска

Анализируемый образец промывают от грязи и смазки в подходящем растворителе (4.4). Удаляют следы промывной жидкости высушиванием образца при нагревании.

Отбирают навеску образца примерно в количестве 1 г, с точностью до 0,1 мг.

7.3 Холостой опыт

Перед определением содержания углерода дважды выполняют следующие холостые испытания. Взвешивают с точностью 0,1 мг примерно 1 г чистого железа (4.3) и помещают его в керамический тигель (5.1). Помещают керамический тигель с чистым железом в муфельную печь или в печь с проволочной обмоткой (5.6), нагретую до 420 °С ± 10 °С на 15—20 мин. Извлекают керамический тигель с железом из печи и немедленно добавляют в него соответствующую массу плавня (4.5) (см. примечание 1) и одну оловянную капсулу (5.2) (см. примечания 2 и 3) или один фильтр из стекловаты (5.3) (см. примечание 4). Обрабатывают тигель с содержимым, как указано в 7.4.2. Получают результаты измерений холостого опыта и переводят показания прибора в микрограммы углерода с помощью градуировочного графика (7.5). Величину холостого опыта получают вычитанием массы углерода, содержащегося в чистом железе из массы углерода, найденного при холостых испытаниях. Среднее значение величины холостого опыта ($m_{C,0}$) рассчитывают из двух параллельных значений холостого опыта с точностью 0,1 мкг. Среднее значение холостого опыта не должно превышать 0,3 мкг углерода, а разность между двумя результатами холостого опыта не должна превышать 0,2 мкг углерода. Если эти значения превышают допустимые, необходимо искать и устранять источник загрязнения.

Примечания

1 Количество плавней будет зависеть от индивидуальных характеристик прибора и типа анализируемого материала. Количество используемого плавня должно быть достаточным для полного сжигания навески.

2 В случае построения градуировочного графика 7.5.1 можно применять оловянную капсулу, подготовленную следующим образом. Используя микропипетку (5.4), вводят 100 мкл воды (4.1) в оловянную капсулу (5.2) и высушивают при температуре 90 °С в течение 2 ч.

3 В случае, когда используют оловянную капсулу (5.2), после помещения ее в керамический тигель (5.1), капсулу можно слегка прижать ко дну тигля.

4 В случае подготовки градуировочного графика (7.5.1) можно использовать фильтр из стекловолокна, приготовленный следующим образом. Используя микропипетку (5.4), приливают 100 мкл воды (4.1) к фильтру из стекловолокна (5.3) и высушивают при температуре 90 °С в течение 2 ч.

7.4 Определение

7.4.1 Предварительная подготовка навески пробы

Навеску (7.2) помещают в керамический тигель (5.1). Керамический тигель с навеской помещают в муфельную или с проволочной обмоткой печь (5.6), нагретую до 420 °С ± 10 °С на 15—20 мин, затем вынимают тигель из печи и немедленно добавляют необходимую массу плавня (4.5) (см. примечание 1 в 7.3). Если в качестве стандартного вещества используют сахарозу, то в тигель с навеской добавляют одну оловянную капсулу (5.2) (см. примечания 2 и 3) или один фильтр из стекловолокна (5.3) (см. примечание 4 в 7.3).

7.4.2 Сжигание навески

Немедленно помещают керамический тигель с содержимым на опорную подставку, поднимают ее в положение для сжигания и закрывают систему. Управляют печью в соответствии с инструкциями из-

готовителей приборов. По окончании цикла сжигания пробы и измерения содержания углерода тигель удаляют из печи и отбрасывают. Показания прибора регистрируют.

7.5 Построение градуировочного графика

7.5.5 Вариант с использованием стандартного раствора сахарозы

7.5.1.1 Подготовка градуировочных серий

Используя микропипетку, вводят с точностью до 0,1 мкл по 100 мкл каждого из стандартных растворов сахарозы (4.6.1) в серию из семи оловянных капсул (5.2) (см. примечание 3 в 7.3) или фильтров из стекловолокна (5.3) и высушивают при 90 °С в течение 2 ч.

Примечание — При необходимости вес 100 мкл стандартного раствора сахарозы может быть подтвержден взвешиванием указанного объема с точностью до 1 мг.

7.5.1.2 Измерения

Примерно 1 г чистого железа взвешивают с точностью до 0,1 мг и помещают навеску в керамический тигель (5.1), тигель ставят в муфельную или с проволочной обмоткой печь (5.6), нагретую до 420 °С ± 10 °С на 10—15 мин. Извлекают керамический тигель с железом из печи, и немедленно вносят в тигель с железом оловянную капсулу (5.2) или фильтр из стекловолокна (5.3), содержащие сахарозу, потом покрывают содержимое тигля таким же количеством плавня (4.5) (см. примечание 1 в 7.3), который добавляют к навеске пробы. Далее проводят обработку содержимого в тигле по процедуре, приведенной в 7.4.2.

7.5.1.3 Построение градуировочного графика

Получают результирующие показания для построения градуировочного графика путем вычитания показания нулевого члена графика из показания каждого члена градуировочной серии. Строят градуировочный график, откладывая на осях координат.

7.5.2 Вариант с использованием карбоната кальция — значение аналитического сигнала относительно содержания углерода в микрограммах (с точностью до 0,1 мкг углерода для каждого члена градуировочной серии).

7.5.2.1 Приготовление градуировочной серии

Взвешивают, используя микровесы (5.5), семь навесок карбоната кальция (4.6.2) с точностью до 0,1 мкг в соответствии с таблицей 2 и помещают их в керамические тигли (5.1).

7.5.2.2 Измерения

Выполняют операции по 7.5.1.2, но в данном случае нет необходимости использовать оловянную капсулу или фильтр из стекловолокна.

Таблица 2 — Градуировочная серия с карбонатом кальция в качестве стандарта

Масса карбоната кальция (4.6.2), мкг	Соответствующая масса углерода, мкг	Массовая доля углерода в 1 г навески, %
0[a]	0	0
40	4,8	0,00048
85	10,2	0,00102
210	25,2	0,00252
420	50,4	0,00504
630	75,6	0,00756
850	102,0	0,01020

[a] Нулевой член.

7.5.2.3 Построение градуировочного графика

Выполняют операции по 7.5.1.3.

8 Обработка результатов

8.1 Расчетный метод

Переводят показания анализатора, полученные при сжигании навески пробы, в микрограммы углерода с использованием градуировочного графика (см. 7.5).

Массовая доля углерода, выраженная в процентах, w_C, определяется по уравнению

$$w_C = [(m_{C,1} - m_{C,0})/m \cdot 10^6] \cdot 100 = (m_{C,1} - m_{C,0})/m \cdot 10^4,$$

где $m_{C,1}$ — масса углерода в навеске пробы, мкг;

$m_{C,0}$ — масса углерода в холостом опыте, мкг (см. 7.3);

m — масса навески пробы, г (см. 7.2).

8.2 Прецизионность

В испытаниях, проведенных по программе межлабораторных испытаний, участвовали 19 лабораторий. Были проанализированы образцы для одиннадцати уровней содержания углерода, причем каждая лаборатория выполняла по три определения содержания углерода для каждого уровня (см. примечания 1 и 2).

Примечания

1 Два из трех определений были выполнены в условиях повторяемости, изложенных в ИСО 5725-1, т.е. один исполнитель, одна и та же аппаратура, идентичные рабочие условия, одна и та же градуировка и минимальный период времени анализа.

2 Третье определение выполнено в условиях промежуточной прецизионности, т.е. разное время проведения анализа (разный день), тот же исполнитель, что и в примечании 1, та же аппаратура, но разный градуировочный график.

3 Из двух значений результатов, полученных в первый день испытаний, рассчитаны предел повторяемости (r) и предел воспроизводимости (R) по методике ИСО 5725-3. Из одного значения, полученного в первый день и значения, полученного во второй день испытаний, рассчитан внутрилабораторный предел воспроизводимости (промежуточной прецизионности) R_w по методике ИСО 5725-3.

Подробные сведения об анализируемых образцах и средние значения полученных результатов приведены в таблице В.1 и В.2. Полученные результаты были статистически обработаны в соответствии с ИСО 5725, части 1, 2 и 3. Полученные данные показали логарифмическую зависимость между содержанием углерода, пределом повторяемости (r) и пределами воспроизводимости (R_w и R) результатов анализа (см. примечание 3), обобщенные данные показаны в таблице 3. Графическое представление данных показано на рисунке С.1.

Таблица 3 — Пределы повторяемости и воспроизводимости

Массовая доля углерода, %	Предел повторяемости, R	Пределы воспроизводимости	
		Внутрилабораторной, R_w	Межлабораторной, R
0,0003	0,00018	0,00019	0,00030
0,0004	0,00019	0,00021	0,00033
0,0005	0,00020	0,00022	0,00036
0,001	0,00023	0,00028	0,00046
0,002	0,00026	0,00035	0,00060
0,005	0,00031	0,00047	0,00084
0,010	0,00035	0,00059	0,00108

Приложение А
(справочное)

Технические характеристики промышленных высокочастотных индукционных печей и инфракрасных анализаторов углерода

А.1 Источник кислорода

Источник кислорода соединяют с вентилем для тонкой регулировки и манометром для измерения давления. Редуктор используют для контроля давления кислорода в печи, в соответствии с техническими условиями производителя. Обычно оно поддерживается на уровне 28 кН/м^2.

А.2 Очистительная установка

Эта установка состоит из трубки, заполненной инертной керамикой, пропитанной гидроксидом натрия для абсорбции диоксида углерода, и дегидрационной трубки, заполненной перхлоратом магния.

А.3 Расходомер

Расходомер, способный измерять расход потока кислорода в интервале от 0 до 4 дм^3/мин.

А.4 Высокочастотная индукционная печь

А.4.1 Печь для сжигания образца состоит из индукционной катушки и высокочастотного генератора. Камера сгорания состоит из кварцевой трубки с внешним диаметром 30—40 мм, внутренним диаметром 26—36 мм и длиной 200—220 мм. Трубка устанавливается внутри индукционной катушки. В трубке имеются металлические пластинки сверху и снизу, которые герметизируют трубку с помощью уплотнительных колец.

А.4.2 Отверстия для входа и выхода газа, проделанные через металлические пластины.

А.4.3 Генератор, обычно обеспечивающий кажущуюся мощность от 1,5 kVA до 2,5 kVA, но генераторы разных производителей могут отличаться по частоте. Используют значения частот в интервалах от 2 до 6 МГц, а также 15 МГц и 20 МГц. Мощность генератора питает индукционную катушку, которая окружает кварцевую трубку и обычно имеет воздушное охлаждение.

А.4.4 Тигель, содержащий образец, флюс и плавень помещают на опорную подставку, которая при подъеме устанавливается так, чтобы металл в тигле правильно располагался внутри индукционной катушки для эффективной связи при включении мощности.

А.4.5 Диаметр индукционной катушки, число витков, геометрия камеры сгорания и мощность генератора определяют степень связи, которая может устанавливаться. Эти параметры определяет производитель прибора.

А.4.6 Температура, достигаемая в процессе сжигания, частично зависит от параметров, перечисленных в А.4.5, но также от свойств металла, формы навески и массы материалов, помещенных в тигель. Некоторые из этих параметров в некоторой степени могут варьироваться исполнителем.

А.5 Пылесборник

Пылесборник способен улавливать пыль оксидов металлов в токе кислорода, исходящего из печи.

А.6 Трубка для десульфуризации

Это устройство состоит из нагреваемой трубки для окисления, содержащей платиновую фольгу или платинированный кварц, и сборника триоксида серы, наполненного ватой из целлюлозы.

А.7 Инфракрасный газоанализатор

А.7.1 В большинстве приборов газообразные продукты после сжигания образца переносятся с непрерывным потоком кислорода в измерительную систему анализатора. Газы проходят через инфракрасную ячейку, например типа Luft, в которой измеряется поглощение (абсорбция) инфракрасного излучения диоксидом и/или монооксидом углерода и интегрируется по предварительно запрограммированному периоду времени. Аналитический сигнал усиливается и преобразуется в цифровое представление содержания углерода в процентах.

А.7.2 В некоторых анализаторах продукты горения могут собираться в потоке кислорода в фиксированном объеме при контролируемом давлении, и эту смесь анализируют на содержание диоксида и/или монооксида углерода.

А.7.3 Электронные схемы управления обычно обеспечивают возвращение показаний измерительного устройства прибора к нулю, компенсацию холостого опыта, корректировку наклона градуировочного графика и поправку на нелинейный отклик. Анализатор обычно имеет способ ввода данных со значениями масс стандарта или навески пробы для автоматической коррекции считывания. Приборы также могут быть оборудованы автоматическими весами для взвешивания тигля, навески пробы и ввода полученных значений в калькулятор анализатора.

Приложение В
(справочное)

Дополнительная информация о международных совместных испытаниях

Таблица 3 была составлена по результатам международного эксперимента, проведенного в 1995 г. на 11 образцах стали в 11 странах с привлечением 19 лабораторий. Результаты, полученные в рамках этого эксперимента, были изложены в ИСО/ТК 17/ПК 1 № 1117 в мае 1996 г. и представлены в таблице В.2. Графическое представление точностных характеристик дано в приложении С. Образцы, использованные для испытаний, и лаборатории, участвующие в эксперименте, перечислены в таблицах В.1 и В.3 соответственно.

Таблица В.1 — Образцы, использованные в межлабораторных испытаниях

№ образца	Химический состав, массовая доля, %				
	C	Si	Mn	P	S
JSS 002-4 Чистое железо	0,0005	0,003	0,0038	0,00016	0,00026
ECREM[a] высокочистое железо	< 0,001	< 0,01	0,0064	0,0016	0,0022
NIST 2168 низколегированная сталь	0,0007	—	—	—	—
JSS 1006-1 низколегированная сталь	0,0012	0,004	—	—	—
V-ALPINE[b] низколегированная сталь	0,0019[c]	—	—	—	—
JSS 1007-1 низколегированная сталь	0,0024	0,006	—	—	—
JSS 1001-1 низколегированная сталь	0,0037	0,009	0,011	0,0025	0,0020
JSS 1201 низколегированная сталь	0,0005	—	—	—	—
NIST 2165[a] низколегированная сталь	0,0059	0,005	0,14	0,007	0,004
JSS 1002-1 низколегированная сталь	0,0083	0,030	0,049	0,0072	0,0040
JSS 1202 низколегированная сталь	0,005	—	—	—	—

[a] До международных испытаний размер образца был фракционирован более чем 710 мкм.
[b] Местный эталонный материал.
[c] Несертифицированное значение.

Таблица В.2 — Результаты, полученные при обработке данных межлабораторных испытаний

№ образца	Массовая доля углерода, %			Точностные данные		
	Сертифицированное значение	Найденное значение		Повторяемость	Воспроизводимость	
		$W_{C,1}$	$W_{C,2}$	r	R_w	R
JSS 002-4 Чистое железо	0,0005	0,00048	0,00048	0,00014	0,00025	0,00028
ECREM[a] высокочистое железо	<0,001	0,00036	0,00037	0,00021	0,00015	0,00038
NIST 2168 низколегированная сталь	0,0007	0,00050	0,00051	0,00028	0,00024	0,00043
JSS 1006-1 низколегированная сталь	0,0012	0,0012	0,0012	0,00019	0,00032	0,00043
V-ALPINE[b] низколегированная сталь	0,0019[c]	0,0020	0,0020	0,00025	0,00028	0,00074

Окончание таблицы В.2

№ образца	Массовая доля углерода %			Точностные данные		
	Сертифицированное значение	Найденное значение		Повторяемость	Воспроизводимость	
		$w_{C,1}$	$w_{C,2}$	r	R_w	R
JSS 1007-1 низколегированная сталь	0,0024	0,0025	0,0026	0,00065	0,00079	0,00103
JSS 1001-1 низколегированная сталь	0,0037	0,0040	0,0040	0,00045	0,00103	0,00078
JSS 1201 низколегированная сталь	0,0005	0,00052	0,00052	0,00016	0,00017	0,00027
NIST 2165[a] низколегированная сталь	0,0059	0,0063	0,0063	0,00027	0,00046	0,00096
JSS 1002-1 низколегированная сталь	0,0083	0,0089	0,0088	0,00036	0,00039	0,00088
JSS 1202 низколегированная сталь	0,005	0,0049	0,0049	0,00014	0,00039	0,00065

[a] До проведения международных испытаний размер гранул образца был определен более чем 710 мкм.
[b] Местный эталонный материал.
[c] Несертифицированное значение.

Таблица В.3 — Перечень лабораторий, участвовавших в проведении межлабораторных испытаний

Страна	Лаборатория
Австралия	BHP-SPPD
Австрия	VOEST-ALPINE STAHL
Китай	Steel and Iron Institute Shougang Metallurgy Research institute
Финляндия	Rautaruukki Oy Raahe Steel
Франция	Sollac/Florange RENAULT Sollac/Dunkerque
Япония	Kawasaki Steel Co. Nippon Steel Co. Hirohata works Sumitomo Metal Industries Ltd.
Республика Корея	POSCO/Pohang works/Tesing Service Sec. RIST/Advanced Analysis Lab.
Нидерланды	Hoogovens
Польша	Institute for Ferrous Metallurgy
Великобритания	British Steel/Llanwern works
США	TIMKEN Co. LECO LTV Steel/Indiana works

Приложение С
(справочное)

Графическое представление точностных данных

На рисунке С.1 показана логарифмическая зависимость между содержанием углерода($W_{C,1}$), пределом повторяемости (r) и пределами внутрилабораторной (R_w) и межлабораторной (R) воспроизводимости:

$$\lg r = 0{,}1856 \lg W_{C,1} - 3{,}0871$$

$$\lg R_w = 0{,}3268 \lg W_{C,2} - 2{,}5742$$

$$\lg R = 0{,}3679 \lg W_{C,1} - 2{,}2312,$$

где $W_{C,1}$ — среднее содержание углерода, выраженное в процентах массовой доли, полученное в пределах одного дня;

$W_{C,2}$ — среднее содержание углерода, выраженное в процентах массовой доли, полученное в разное время (разные дни).

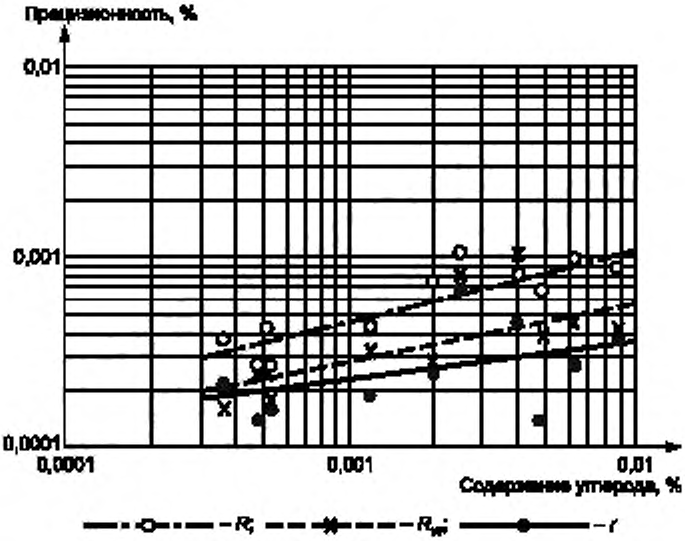


Рисунок С.1 — Логарифмическая зависимость между содержанием углерода ($W_{C,1}$) и пределом повторяемости (r) или пределами воспроизводимости (R_w и R)

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным и межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального и межгосударственного стандарта
ISO 648:1977	MOD	ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой»
ISO 1042:1998	—	*
ISO 5725-1:1994	IDT	ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения»
ISO 5725-2:1994	IDT	ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений»
ISO 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»

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует.

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 В39 ОКСТУ 0709

Ключевые слова: стали низколегированные, углерод, определение содержания углерода, метод инфракрасной абсорбционной спектроскопии после сжигания пробы в индукционной печи

БЗ 3—2017/59

Редактор *А.А. Лиске*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 11.05.2017. Подписано в печать 18.05.2017. Формат 60 ×84 $^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68. Тираж 26 экз. Зак. 815.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru