ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 17925— 2012

ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ ЦИНКА И/ИЛИ АЛЮМИНИЯ НА СТАЛИ

Определение химического состава и массы покрытия на единицу площади поверхности. Методы: гравиметрический, атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой и пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии

ISO 17925:2004

Zinc and/or aluminum based coatings on steel — Determination of coating mass per unit area and chemical composition — Gravimetry, inductively coupled plasma atomic emission spectrometry and flame atomic absorption spectrometry (IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 145 «Методы контроля металлопродукции» на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 3

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июня 2012 г. № 122-ст

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 17925:2004 «Покрытия на основе цинка и/или алюминия на стали. Определение массы покрытия на единицу площади поверхности и химического состава. Гравиметрия, атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой и пламенная атомно-абсорбционная спектрометрия» (ISO 17925:2004 «Zinc and/or aluminum based coatings on steel — Determination of coating mass per unit area and chemical composition — Gravimetry, inductively coupled plasma atomic emission spectrometry and flame atomic absorption spectrometry»).

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

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 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 (gost.ru)

© Стандартинформ, 2014

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 и назначение 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Реактивы 2
5 Аппаратура 5
6 Отбор образцов 6
7 Методика определения 6
8 Представление результатов 12
9 Протокол испытаний 15
Приложение А (справочное) Содержание аналита 16
Приложение В (справочное) Дополнительная информация о проведенных международных испытаниях 17
Приложение С (справочное) Графическое представление данных прецизионности 19
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) 24

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ ЦИНКА И/ИЛИ АЛЮМИНИЯ НА СТАЛИ

Определение химического состава и массы покрытия на единицу площади поверхности. Методы: гравиметрический, атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой и пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии

Zinc and/or aluminum based coatings on steel.
Determination of chemical composition and coating mass per unit area.
Gravimetric, atomic emission spectrometry with inductively coupled plasma
and flame atomic absorption spectrometry methods

Дата введения — 2013—09—01

1 Область применения и назначение

Настоящий стандарт устанавливает определение химического состава и массы на единицу площади поверхности покрытия на основе цинка и/или алюминия одной стороны поверхности стали следующими методами: гравиметрическим, атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой или пламенным атомно-абсорбционным. Эти методы используют для исследования покрытий стали на основе цинка и/или алюминия, полученных гальваническим оцинкованием (электролитическим или горячего погружения), а также цинк-никелевых покрытий, полученных электролитическим методом, цинк-алюминиевых покрытий (с содержанием алюминия 5 % и 55 %), полученных способом горячего погружения. Электролитический метод оцинкования обеспечивает покрытие чистым цинком. В результате оцинкования методом горячего погружения получают покрытие из железоцинкового сплава. Электролитические методы с использованием цинк-никелевых растворов дают покрытия из цинк-никелевых сплавов. Настоящий стандарт применим для определения массовых долей элементов в покрытиях в следующих диапазонах: цинка — от 40 % до 100 %; алюминия — от 0,02 % до 60 %; никеля — от 7 % до 20 %; железа — от 0,2 % до 20 %; кремния — от 0,2 % до 10 %; свинца — от 0,005 % до 2 %.

Примерный перечень элементов, определяемых в разных типах покрытий:

- электролитическое оцинкование — железо и алюминий;
- горячее оцинкование — цинк, железо и алюминий;
- цинк-никелевое электролитическое — цинк, железо и никель;
- цинковое с содержанием алюминия 5 % — цинк, железо, алюминий и кремний;
- цинк-алюминиевое с содержанием алюминия 55 % — цинк, железо, алюминий и кремний.

Метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии (ПААС) при определении химического состава покрытия не распространяется на определение цинка.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

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

ИСО 1042:1998 Посуда лабораторная стеклянная. Колбы мерные 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

Издание официальное

(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 14284:1996 Сталь и чугун. Отбор и подготовка образцов для определения химического состава (ISO 14284:1996, Steel and iron — Sampling and preparation of samples for the determination of chemical composition)

3 Сущность метода

Покрытие удаляют с одной стороны стальной основы смесью растворов хлористоводородной кислоты и ингибитора, который вводится для предотвращения разрушения стальной основы. Массу покрытия на единицу площади поверхности определяют по разности массы образца, установленной до и после удаления покрытия. Массу покрытия на единицу площади поверхности рассчитывают как разность массы образца, деленную на площадь поверхности образца. Раствор после растворения в нем покрытия с одной стороны образца разбавляют до заданного объема, фильтруют и распыляют в плазму атомного эмиссионного спектрометра (ИСП-АЭС) или в пламя атомно-абсорбционного спектрометра (ПААС). Рассчитывают химический состав слоя покрытия делением измеренного содержания элемента на предварительно определенную массу покрытия.

Примеры аналитических линий приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Примеры аналитических линий и мешающих элементов

Элемент	ИСП-АЭС		ПААС	
	Аналитическая линия, нм	Мешающие элементы	Аналитическая линия, нм	Мешающие элементы
Цинк	481,0 206,19	—	—	—
Алюминий	396,15	—	309,3 306,16	—
Никель	231,60	—	232,00 231,10 233,75	—
Железо	271,44 259,94	—	248,33 252,29	—
Кремний	251,61 288,16	Алюминий	251,61 288,16	Алюминий
Свинец	220,35	Цинк, алюминий	217,00 283,31	—

4 Реактивы

Если нет других указаний, используют реактивы установленной аналитической степени чистоты и дистиллированную воду.

4.1 Хлористоводородная кислота (HCl), $\rho \approx 1{,}18$ г/см^3.

4.2 Хлористоводородная кислота (HCl), разбавленная 1:10.

4.3 Азотная кислота (HNO_3), $\rho \approx 1{,}40$ г/см^3.

4.4 Азотная кислота (HNO_3), разбавленная 1:1.

4.5 Смесь кислот: добавляют 50 $см^3$ азотной кислоты (4.3) и 10 $см^3$ хлористоводородной кислоты (4.1) в колбу, содержащую 150 $см^3$ воды, затем перемешивают.

4.6 Карбонат натрия (Na_2CO_3).

4.7 Гексаметилентетрамин ($C_6H_{12}N_4$) — ингибитор, предотвращающий воздействие кислоты на металлическую основу во время удаления покрытия со стального образца.

4.8 Раствор для удаления покрытия: в мерный цилиндр вместимостью 1 $дм^3$, содержащий от 450 до 820 $см^3$ воды, помещают от 170 до 500 $см^3$ хлористоводородной кислоты (4.1), добавляют 3,5 г гексаметилентетрамина (4.7), доводят до метки водой и перемешивают.

Примечание — Для электролитически оцинкованной стали с очень тонким покрытием для удаления покрытия лучше использовать разбавленную хлористоводородную кислоту, чтобы предотвратить растворение стальной основы.

4.9 Защитные материалы — материалы, способные защитить одну сторону образца листовой стали с покрытием, в то время как с другой стороны удаляют покрытие раствором хлористоводородной кислоты. При этом устраняют возможность загрязнения раствора кислоты элементами покрытия с другой стороны образца и, таким образом, исключают помехи при определении массы покрытия и его химического состава.

Примечания

1 В качестве защитных материалов обычно используют кислотостойкие краски, лаки и пленки.

2 Вместо указанных материалов для этой цели также могут быть использованы механические устройства, с помощью которых закрепляют испытуемый образец.

4.10 Цинк, основной стандартный раствор 1000 $мг/дм^3$: 0,5 г цинка высокой чистоты (не менее 99,99 %) взвешивают с точностью до 0,0005 г и растворяют в 25 $см^3$ хлористоводородной кислоты (4.1). Раствор охлаждают и переносят количественно в откалиброванную мерную колбу с одной меткой вместимостью 500 $см^3$. Колбу выдерживают при той же температуре, при которой ее калибровали. Раствор разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.11 Цинк, стандартный раствор А 100 $мг/дм^3$: 100 $см^3$ основного стандартного раствора цинка (4.10) отбирают откалиброванной пипеткой и помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 $см^3$. Добавляют 10 $см^3$ хлористоводородной кислоты (4.1), разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.12 Цинк, стандартный раствор В 10 $мг/дм^3$: 100 $см^3$ стандартного раствора цинка А (4.11) отбирают откалиброванной пипеткой и помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 $см^3$. Добавляют 10 $см^3$ хлористоводородной кислоты (4.1), разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.13 Цинк, стандартный раствор для использования в качестве матричного 10 $г/дм^3$: 10 г цинка высокой чистоты (не менее 99,99 %) взвешивают с точностью до 0,01 г и растворяют в 200 $см^3$ хлористоводородной кислоты (4.1). Раствор охлаждают и переносят количественно в откалиброванную мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 $см^3$. Колбу выдерживают при той же температуре, при которой ее калибровали. Раствор разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.14 Алюминий, основной стандартный раствор 1000 $мг/дм^3$: 0,5 г алюминия высокой чистоты (не менее 99,95 %) взвешивают с точностью до 0,0005 г и растворяют в смеси кислот: 25 $см^3$ хлористоводородной кислоты (4.1) и 5 $см^3$ азотной кислоты (4.3). Раствор охлаждают и переносят количественно в откалиброванную мерную колбу с одной меткой вместимостью 500 $см^3$. Колбу выдерживают при той же температуре, при которой ее калибровали. Раствор разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.15 Алюминий, стандартный раствор А 100 $мг/дм^3$: 100 $см^3$ основного стандартного раствора алюминия (4.14) отбирают откалиброванной пипеткой и помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 $см^3$. Добавляют 10 $см^3$ хлористоводородной кислоты (4.1), разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.16 Алюминий, стандартный раствор В 10 $мг/дм^3$: 100 $см^3$ стандартного раствора алюминия А (4.15) отбирают откалиброванной пипеткой и помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 $см^3$. Добавляют 10 $см^3$ хлористоводородной кислоты (4.1), разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.17 Алюминий, стандартный раствор для использования в качестве матричного 10 $г/дм^3$: 10 г алюминия высокой чистоты (не менее 99,99 %) взвешивают с точностью до 0,01 г, растворяют в смеси кислот: 200 $см^3$ хлористоводородной кислоты (4.1) и 5 $см^3$ азотной кислоты (4.3). Раствор охлаждают, переносят количественно в откалиброванную мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 $см^3$. Колбу выдерживают при той же температуре, при которой ее калибровали. Раствор разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.18 Никель, основной стандартный раствор 1000 $мг/дм^3$: 0,5 г никеля высокой чистоты (не менее 99,95 %) взвешивают с точностью до 0,0005 г и растворяют в 30 $см^3$ азотной кислоты, разбавлен-

ной 1:1 (4.4). Раствор охлаждают и переносят количественно в откалиброванную мерную колбу с одной меткой вместимостью 500 см^3. Колбу выдерживают при той же температуре, при которой ее калибровали. Раствор разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.19 Никель, стандартный раствор А 100 мг/дм^3: 100 см^3 основного стандартного раствора никеля (4.18) отбирают откалиброванной пипеткой и помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3. Добавляют 10 см^3 хлористоводородной кислоты (4.1), разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.20 Никель, стандартный раствор В 10 мг/дм^3: 100 см^3 стандартного раствора никеля А (4.19) отбирают откалиброванной пипеткой и помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3. Добавляют 10 см^3 хлористоводородной кислоты (4,1), разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.21 Железо, основной стандартный раствор 1000 мг/дм^3: 0,5 г железа высокой чистоты (не менее 99,95 %) взвешивают с точностью до 0,0005 г и растворяют в 25 см^3 хлористоводородной кислоты (4.1). Раствор охлаждают и переносят количественно в откалиброванную мерную колбу с одной меткой вместимостью 500 см^3. Колбу выдерживают при той же температуре, при которой ее калибровали. Раствор разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.22 Железо, стандартный раствор А 100 мг/дм^3: 100 см^3 основного стандартного раствора железа (4.21) отбирают калиброванной пипеткой и помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3. Добавляют 10 см^3 хлористоводородной кислоты (4.1), разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.23 Железо, стандартный раствор В 10 мг/дм^3: 100 см^3 стандартного раствора железа (4.22) отбирают откалиброванной пипеткой и помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3. Добавляют 10 см^3 хлористоводородной кислоты (4,1), разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.24 Кремний, основной стандартный раствор 1000 мг/дм^3: 2,1393 г свежепрокаленного оксида кремния высокой чистоты (не менее 99,9 % SiO_2) помещают в платиновый тигель (высокочистый оксид кремния непосредственно перед использованием должен быть прокален в течение 1 ч при 1100 °С и охлажден в эксикаторе), тщательно перемешивают с 16 г безводного карбоната натрия и сплавляют при 1050 °С в течение 30 мин. Выщелачивают плав оксида кремния в 100 см^3 воды в стакане из полипропилена или политетрафторэтилена (см. примечание). Раствор не должен содержать следов нерастворенного остатка. Охлаждают и количественно переносят содержимое стакана в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3. Колба должна быть выдержана при той же температуре, при которой ее откалибровали. Разбавляют до метки водой, перемешивают и немедленно переливают в хорошо закрывающуюся бутылку из политетрафторэтилена для хранения. Этот исходный раствор содержит 1 мг/см^3 кремния.

Примечание — Выщелачивание плава в воду может потребовать длительного, осторожного нагревания.

4.25 Кремний, стандартный раствор А 100 мг/дм^3: 100 см^3 основного стандартного раствора кремния (4.24) отбирают откалиброванной пипеткой и помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.26 Кремний, стандартный раствор В 10 мг/дм^3: 100 см^3 стандартного раствора кремния А (4.25) отбирают откалиброванной пипеткой и помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.27 Свинец, основной стандартный раствор 1000 мг/дм^3: 0,5 г свинца высокой чистоты (не менее 99,95 %) взвешивают с точностью до 0,0005 г и растворяют в 30 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1 (4.3). Раствор охлаждают и переносят количественно в откалиброванную мерную колбу с одной меткой вместимостью 500 см^3. Колбу выдерживают при той же температуре, при которой ее калибровали. Раствор разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.28 Свинец, стандартный раствор А 100 мг/дм^3: 100 см^3 основного стандартного раствора свинца (4.27) отбирают откалиброванной пипеткой, помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.29 Свинец, стандартный раствор В 10 мг/дм^3: 100 см^3 стандартного раствора свинца (4.28) отбирают откалиброванной пипеткой, помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.30 Растворитель, подходящий для промывания покрытых смазкой или загрязненных испытуемых образцов, например ацетон.

5 Аппаратура

5.1 Общие требования

Вся мерная стеклянная посуда должна быть класса А и откалибрована в соответствии с ИСО 648 или ИСО 1042, в зависимости от типа посуды. Кроме мерной стеклянной посуды, используют обычное лабораторное оборудование.

5.2 Атомно-эмиссионный спектрометр (ИСП-АЭС) с индуктивно связанной плазмой в качестве источника возбуждения спектра

5.2.1 Общие требования

Работа спектрометра ИСП-АЭС может быть удовлетворительной только после оптимизации параметров спектрометра в соответствии с нормативными документами.

Спектрометр может быть одновременного или последовательного типа измерения. Если спектрометр последовательного типа оснащен дополнительным внешним устройством для одновременного измерения линии внутреннего стандарта, то можно реализовать способ измерения с внутренним стандартом. Если спектрометр последовательного типа не оборудован таким устройством, то способ измерения с использованием внутреннего стандарта неприменим.

5.2.2 Практическое разрешение спектрометра

Рассчитывают ширину полосы пропускания аналитической линии и полосы, используемой в качестве внутреннего стандарта (за полную ширину полосы принимают ширину на уровне половины высоты полосы). Ширина полосы должна быть менее чем 0,030 нм.

5.2.3 Кратковременная стабильность

Рассчитывают стандартное отклонение результатов десяти измерений абсолютной или относительной интенсивности излучения наиболее концентрированного градуировочного раствора для каждого аналита. Относительное стандартное отклонение не должно превышать 0,4 %.

5.2.4 Концентрация, эквивалентная фоновому излучению, и предел обнаружения

Рассчитывают концентрацию, эквивалентную фоновому излучению (КЭФ), и предел обнаружения (ПО) для аналитической линии в растворе, содержащем только один анализируемый элемент. Значения КЭФ и ПО должны быть ниже значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 — Концентрация, эквивалентная фоновому излучению, предел обнаружения

Элемент	Атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой	
	Концентрация, эквивалентная фоновому излучению, мг/дм^3	Предел обнаружения, мг/дм^3
Цинк	1,0	0,4
Алюминий	6,0	0,2
Железо	2,0	0,1
Кремний	3,0	0,1
Свинец	2,5	0,1

5.3 Пламенный атомно-абсорбционный спектрометр (ПААС)

5.3.1 Общие требования

Спектрометр будет удовлетворять требованиям только после оптимизации параметров прибора в соответствии с инструкциями производителя.

5.3.2 Кратковременная стабильность

Стандартное отклонение результатов десяти измерений абсорбции наиболее концентрированного градуировочного раствора не должно превышать 1,5 % среднего значения абсорбции того же раствора.

Стандартное отклонение результатов десяти измерений абсорбции наименее концентрированного градуировочного раствора не должно превышать 0,5 % среднего значения абсорбции того же раствора.

5.3.3 Предел обнаружения

Предел обнаружения (ПО) рассчитывают для аналитической линии в растворе, содержащем только анализируемый элемент. Предел обнаружения определяют как утроенное стандартное отклонение результатов десяти измерений абсорбции для раствора, содержащего соответствующий элемент в такой концентрации, чтобы абсорбция была чуть выше, чем абсорбция нулевого члена градуировочной серии растворов.

5.3.4 Линейность градуировочного графика

Наклон градуировочного графика, покрывающего 20 % верхнего диапазона концентрационной области (выраженный как изменение абсорбции), не должен отличаться менее чем в 0,7 раза от значения наклона для 20 % нижнего диапазона концентраций, определенного таким же образом. Для приборов с автоматической градуировкой с использованием двух или более стандартов градуировочный график должен быть построен до проведения анализа по полученным значениям абсорбции стандартных растворов так, чтобы вышеприведенные требования к линейности графика выполнялись.

5.3.5 Характеристическая концентрация

Рассчитывают характеристическую концентрацию для анализа в матрице подобной конечному испытуемому раствору.

5.4 Платиновый тигель.

6 Отбор образцов

Отбор испытуемых образцов для определения массы на единицу площади поверхности и химического состава покрытия должен проводиться в соответствии с ИСО 14284. Испытуемые образцы должны быть квадратной, прямоугольной или круглой формы с площадью поверхности предпочтительно от 1900 до 3500 мм^2. В случае разногласий испытуемые образцы должны иметь форму квадрата со стороной (50 ± 5) мм. Для проведения испытаний на каждой стороне образца используют отдельный образец.

7 Методика определения

7.1 Подготовка образцов

Образцы очищают мягкой салфеткой, смоченной подходящим растворителем (4.30), затем сухим сжатым воздухом, не содержащим масла. Покрывают сторону образца, с которого не удаляют покрытие защитным материалом (4.9). Лучше использовать ленту, свернутую в рулончик, прижимая ее вплотную к листу образца, и убедиться в том, что все пузырьки воздуха и морщины удалены. Излишек ленты обрезают. Предпочтительно покрывать и края образца защитными материалами (4.9).

7.2 Методика определения массы покрытия на единицу площади поверхности

Используя штангенциркуль, измеряют размеры образца, с которого снимают покрытие, с точностью до 0,05 мм и вычисляют площадь образца с точностью до 0,1 мм^2.

Площадь прямоугольных испытуемых образцов рассчитывают по формуле $(a + b)\, d/2$. Если образец по форме отличается от прямоугольника, где d является длиной диагонали, а a и b — длины вертикальных линий, отходящих из углов к диагональной линии (см. рисунок 1), размеры a, b и d должны быть измерены с точностью до 0,05 мм, с использованием средств измерения с прослеживаемостью к национальным или международным эталонам.

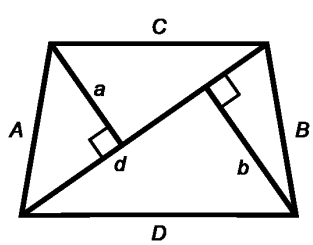


Рисунок 1 — Размеры образцов

Когда испытуемый образец неправильный прямоугольник и если все ребра углов отклоняются от 90° не более чем на 4°, площадь квадратных и прямоугольных образцов может быть рассчитана по формуле $[(A+B)\cdot(C+D)]/4$, где A и B, C и D являются длинами противоположных сторон, как показано на рисунке 1.

Подготовленный образец взвешивают с точностью до 0,1 мг и записывают его вес, как исходный вес образца.

Образец помещают в достаточно большой стакан, например, вместимостью 600 см^3, укладывая его так, чтобы защищенная сторона покрытия образца была внизу.

Медленно добавляют 30 см^3 раствора для удаления покрытия (4.8, примечание) и оставляют при комнатной температуре до тех пор, пока покрытие полностью не растворится. В конце процесса растворения может наблюдаться замедление выделения водорода.

Примечания

1 Время удаления покрытия будет зависеть от химического состава покрытия, его массы на единицу площади и температуры помещения. Допускается разбавление раствора (4.8) для того, чтобы продлить процесс удаления тонких покрытий.

2 Предварительно при испытании образца каждого типа определяют момент окончания процесса растворения с целью оптимизации времени удаления покрытия и концентрации хлористоводородной кислоты.

После снятия покрытия образец обрабатывают подходящим способом. Не вынимая из стакана, тщательно промывают его водой и щеткой очищают сторону со снятым покрытием, чтобы удалить с нее приставшие к поверхности загрязнения. Затем, при необходимости, погружают образец в спирт. После этого высушивают образец сжатым воздухом, очищенным от масла, и взвешивают с точностью до 0,1 мг. Раствор, в котором снимали покрытие, сохраняют (зарезервированный раствор) для определения химического состава покрытия.

7.3 Методика определения химического состава методом атомно-эмиссионной спектрометрии с возбуждением спектра в индуктивно связанной плазме

7.3.1 Испытуемый раствор для определения содержания цинка, алюминия, никеля, железа и свинца

В качестве испытуемого используют зарезервированный раствор (7.2). Если в растворе остаются нерастворенные остатки, стакан с раствором помещают на горячую плиту и нагревают до полного растворения материала покрытия. Переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

Если содержание аналита в испытуемом растворе по оценкам больше 25 мг (таблица 3) или слишком большое, чтобы использовать градуировочные серии, приведенные в 7.3.5, отбирают пипеткой 10 см^3 исходного раствора в мерную колбу, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Записывают коэффициент разбавления D как объем мерной колбы, деленный на 10 см^3.

7.3.2 Испытуемый раствор для определения содержания цинка, алюминия, никеля, железа, свинца и кремния

Зарезервированный раствор (7.2) используют в качестве испытуемого. Если некоторое количество вещества после нагревания стакана с раствором на горячей плите остается нерастворенным, остаток доплавляют. Для этого раствор фильтруют через фильтровальную бумагу средней плотности, промывают фильтр хлористоводородной кислотой (1:10) (4.2) и несколько раз теплой водой. Фильтрат количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают (испытуемый раствор № 1).

Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель (5.4). После просушивания сжигают фильтр при температуре 800 °С и охлаждают озоленный остаток на воздухе. Сплавляют его с 2 г карбоната натрия (4.6) при температуре 1050 °С и охлаждают на воздухе. Растворяют плав в 50 см^3 смеси кислот (4.5). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают (испытуемый раствор № 2).

7.3.3 Оптимизация спектрометра

Включают спектрометр ИСП-АЭС или ПААС и оставляют включенным достаточно долгое время перед началом измерений, чтобы работа спектрометра стала стабильной.

Выполняют оптимизацию прибора в соответствии с инструкциями производителя.

Подбирают программное обеспечение для измерения интенсивности, ее среднего значения и относительного стандартного отклонения на аналитических линиях.

Если используют методику с применением внутреннего стандарта, то подготавливают программное обеспечение для расчета соотношения интенсивности между линией анализируемого элемента и линией внутреннего стандарта. Интенсивность линии внутреннего стандарта должна измеряться одновременно с интенсивностью аналитической линии.

Проверяют работу приборов на соответствие требованиям к рабочим характеристикам, приведенным в 5.2.2—5.2.4 для ИСП-АЭС и 5.3.2—5.3.5 для ПААС.

7.3.4 Холостой опыт

7.3.4.1 Общие требования

Параллельно с каждым определением испытуемого раствора выполняют такие же операции с раствором холостого опыта, используя ту же аппаратуру.

7.3.4.2 Раствор холостого опыта

30 $см^3$ раствора, приготовленного для растворения покрытия (4.8), помещают в стакан. Добавляют соответствующее количество стандартного раствора цинка для приготовления матрицы (4.13) и/или стандартного раствора алюминия (4.17) так, чтобы содержание цинка и/или алюминия было эквивалентно их содержанию в испытуемом растворе.

Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, разбавляют до метки водой и перемешивают. Если испытуемый раствор разбавляют, раствор холостого опыта также должен быть разбавлен.

7.3.5 Построение градуировочного графика для метода с возбуждением спектра в индуктивно связанной плазме (ИСП)

7.3.5.1 Серии градуировочных растворов

Некоторые примеры подготовки серий градуировочных растворов описаны ниже (серии от С-1 до С-4). Однако каждая лаборатория может готовить свои собственные градуировочные серии, объединяя серии от С-1 до С-4 (приложение А).

7.3.5.2 Градуировочная серия С-1 для ИСП

В каждую из мерных колб вместимостью 100 $см^3$ пипеткой отбирают основные стандартные растворы каждого анализируемого элемента, как указано в таблице 3. Добавляют 30 $см^3$ раствора для снятия покрытия (4.8). Затем добавляют необходимое количество стандартного раствора цинка (4.13) и/или стандартного раствора алюминия (4.17) так, чтобы содержание цинка и/или алюминия было эквивалентно их содержанию в испытуемом растворе. Для определения содержания кремния при анализе испытуемого раствора № 2 добавляют эквивалентное количество карбоната натрия (4.6) и смеси кислот (4.5). Разбавляют до метки водой и перемешивают.

Таблица 3 — Градуировочная серия С-1

Градуировочный раствор серии С-1	Объем добавленного основного стандартного раствора*, $см^3$	Масса элемента в 100 $см^3$ стандартного раствора, мг
С-1-1	0	0
С-1-2	5	5
С-1-3	10	10
С-1-4	15	15
С-1-5	20	20
С-1-6	25	25
* 4.10; 4. 14; 4.18; 4.21; 4.24 или 4.27.		

Среднее значение абсолютной интенсивности, измеренное для нулевого раствора I_0, вычитают из среднего значения абсолютной интенсивности I_j каждого раствора и получают чистое значение абсолютной интенсивности I_N, $I_N = I_j - I_0$.

Строят градуировочный график зависимости в координатах: Y — чистая интенсивность; X — концентрация для каждого определяемого элемента в градуировочном растворе (мкг/$см^3$).

7.3.5.3 Градуировочная серия С-2 для ИСП

В каждую из мерных колб вместимостью 100 см^3 пипеткой отбирают основные стандартные растворы каждого анализируемого элемента, как указано в таблице 4. Добавляют 30 см^3 раствора для снятия покрытия (4.8). Затем добавляют необходимое количество стандартного раствора цинка (4.13) и/или стандартного раствора алюминия (4.17) так, чтобы содержание цинка и/или алюминия было эквивалентно их содержанию в испытуемом растворе. Для определения содержания кремния при анализе испытуемого раствора № 2 добавляют эквивалентное количество карбоната натрия (4.6) и смеси кислот (4.5). Разбавляют до метки водой и перемешивают.

Таблица 4 — Градуировочная серия С-2

Градуировочный раствор серии С-2	Объем добавленного основного стандартного раствора*, см^3	Масса элемента в 100 см^3 стандартного раствора, мг
С-2-1	0	0
С-2-2	1	1
С-2-3	2	2
С-2-4	3	3
С-2-5	4	4
С-2-6	5	5
* 4.10; 4.14; 4.18; 4.21; 4.24 или 4.27.		

Среднее значение абсолютной интенсивности, измеренное для нулевого раствора I_0, вычитают из среднего значения абсолютной интенсивности I_j каждого раствора и получают чистое значение абсолютной интенсивности I_N, $I_N = I_j - I_0$.

Строят градуировочный график зависимости в координатах: Y — чистая интенсивность; X — концентрация для каждого определяемого элемента в градуировочном растворе (мкг/см^3).

7.3.5.4 Градуировочная серия С-3 для ИСП

В каждую из мерных колб вместимостью 100 см^3 пипеткой отбирают стандартный раствор А каждого анализируемого элемента, как указано в таблице 5. Добавляют 30 см^3 раствора для снятия покрытия (4.8).

Таблица 5 — Градуировочная серия С-3

Градуировочный раствор серии С-3	Объем добавленного стандартного раствора А*, см^3	Масса элемента в 100 см^3 стандартного раствора, мг
С-3-1	0	0
С-3-2	1	0,1
С-3-3	2	0,2
С-3-4	4	0,4
С-3-5	6	0,6
С-3-6	8	0,8
С-3-7	10	1
* 4.11; 4.15; 4.19; 4.22; 4.25 или 4.28.		

Затем добавляют необходимое количество стандартного раствора цинка (4.13) и/или стандартного раствора алюминия (4.17) так, чтобы содержание цинка и/или алюминия было эквивалентно их содержанию в испытуемом растворе. Для определения содержания кремния при анализе испытуемого раствора № 2 добавляют эквивалентное количество карбоната натрия (4.6) и смеси кислот (4.5). Разбавляют до метки водой и перемешивают.

Среднее значение абсолютной интенсивности, измеренное для нулевого раствора I_0, вычитают из среднего значения абсолютной интенсивности I_j каждого раствора и получают чистое значение абсолютной интенсивности I_N, $I_N = I_j - I_0$.

Строят градуировочный график зависимости в координатах: Y — чистая интенсивность; X — концентрация для каждого определяемого элемента в градуировочном растворе (мкг/см^3).

7.3.6 Построение градуировочного графика для метода пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии (ПААС)

7.3.6.1 Градуировочные серии

Некоторые примеры градуировочных серий описаны ниже (серии от С-1 до С-4). Однако каждая лаборатория может готовить свои собственные градуировочные серии, объединяя серии от С-1 до С-4 (приложение А).

7.3.6.2 Градуировочная серия С-1 для ПААС

В каждую из мерных колб вместимостью 100 см^3 пипеткой отбирают основной стандартный раствор каждого анализируемого элемента, как указано в таблице 6. Добавляют 30 см^3 раствора для снятия покрытия (4.8). Затем добавляют необходимое количество стандартного раствора цинка (4.13) и/или стандартного раствора алюминия (4.17) так, чтобы содержание цинка и/или алюминия было эквивалентно их содержанию в испытуемом растворе. Для определения содержания кремния при анализе испытуемого раствора № 2 добавляют эквивалентное количество карбоната натрия (4.6) и смеси кислот (4.5). Разбавляют до метки водой и перемешивают.

Таблица 6 — Градуировочная серия С-1

Градуировочный раствор серии С-1	Объем добавленного основного стандартного раствора*, см^3	Масса элемента в 100 см^3 стандартного раствора, мг
С-1-1	0	0
С-1-2	5	5
С-1-3	10	10
С-1-4	15	15
С-1-5	20	20
С-1-6	25	25
* 4.14; 4.18; 4.21; 4.24 или 4.27.		

Среднее значение абсолютной интенсивности, измеренное для нулевого раствора I_0, вычитают из среднего значения абсолютной интенсивности I_j каждого раствора и получают чистое значение абсолютной интенсивности I_N, $I_N = I_j - I_0$.

Строят градуировочный график зависимости интенсивности и содержания элементов через точки значений чистой интенсивности, отложенной по оси Y, от соответствующей ей концентрации каждого определяемого элемента в градуировочных растворах (мкг/см^3) по оси X.

7.3.6.3 Градуировочная серия С-2 для ПААС

В каждую из мерных колб вместимостью 100 см^3 пипеткой отбирают основной стандартный раствор каждого анализируемого элемента, как указано в таблице 7. Добавляют 30 см^3 раствора для снятия покрытия (4.8).

Таблица 7 — Градуировочная серия С-2

Градуировочный раствор серии С-2	Объем добавленного основного стандартного раствора*, см^3	Масса элемента в 100 см^3 стандартного раствора, мг
С-2-1	0	0
С-2-2	1	1
С-2-3	2	2
С-2-4	3	3
С-2-5	4	4
С-2-6	5	5
* 4.15; 4.19; 4.22; 4.25 или 4.28.		

Затем добавляют необходимое количество стандартного раствора цинка (4.13) и/или стандартного раствора алюминия (4.17) так, чтобы содержание цинка и/или алюминия было эквивалентно их содержанию в испытуемом растворе. Для определения содержания кремния при анализе испытуемого раствора № 2 добавляют эквивалентное количество карбоната натрия (4.6) и смеси кислот (4.5). Разбавляют до метки водой и перемешивают.

Среднее значение абсолютной интенсивности, измеренное для нулевого раствора I_0, вычитают из среднего значения абсолютной интенсивности I_j каждого раствора и получают чистое значение абсолютной интенсивности I_N, $I_N = I_j - I_0$.

Строят градуировочный график зависимости интенсивности и содержания элементов через точки значений чистой интенсивности, отложенной по оси *Y*, от соответствующей ей концентрации каждого определяемого элемента в градуировочных растворах (мкг/см^3) по оси *X*.

7.3.6.4 Градуировочная серия С-3

В каждую из мерных колб вместимостью 100 см^3 пипеткой отбирают стандартный раствор А каждого анализируемого элемента, указанного в таблице 8. Добавляют 30 см^3 раствора для снятия покрытия (4.8).

Таблица 8 — Градуировочная серия С-3

Градуировочный раствор серии С-3	Объем добавленного стандартного раствора А*, см^3	Масса элемента в 100 см^3 стандартного раствора, мг
С-3-1	0	0
С-3-2	1	0,1
С-3-3	2	0,2
С-3-4	4	0,4
С-3-5	6	0,6
С-3-6	8	0,8
С-3-7	10	1
* 4.15; 4.19; 4.22; 4.25 или 4.28.		

Затем добавляют необходимое количество стандартного раствора цинка (4.13) и/или стандартного раствора алюминия (4.17) так, чтобы содержание цинка и/или алюминия было эквивалентно их содержанию в испытуемом растворе. Для определения содержания кремния при анализе испытуемого раствора № 2 добавляют эквивалентное количество карбоната натрия (4.6) и смеси кислот (4.5). Разбавляют до метки водой и перемешивают.

Среднее значение абсолютной интенсивности, измеренное для нулевого раствора I_0, вычитают из среднего значения абсолютной интенсивности I_j каждого раствора и получают чистое значение абсолютной интенсивности I_N, $I_N = I_j - I_0$.

Строят градуировочный график зависимости интенсивности и содержания элементов через точки значений чистой интенсивности, отложенной по оси *Y*, от соответствующей ей концентрации каждого определяемого элемента в градуировочных растворах (мкг/см^3) по оси *X*.

7.3.7 Определение содержания цинка, алюминия, никеля и железа в испытуемых растворах

После построения градуировочных графиков по 7.3.5 или 7.3.6 считывают показания прибора после измерения аналитического сигнала раствора холостого опыта (7.3.4) и испытуемого раствора (7.3.2) и поступают, как с градуировочными растворами (7.3.5, таблицы 3—5 или 7.3.6, таблицы 6—8) для каждого элемента.

По градуировочным зависимостям (7.3.5, таблицы 3—5 или 7.3.6, таблицы 6—8) определяют содержание каждого элемента.

Если показания спектрометра при повторном измерении градуировочных растворов выходят за пределы ± 2 % первоначального значения, полученного при построении градуировочного графика, проводят рекалибровку прибора и повторяют измерение образцов.

Находят содержание каждого элемента (мг/дм^3) в растворе холостого опыта и анализируемом растворе по градуировочному графику, переводя аналитический сигнал в концентрацию.

7.3.8 Определение содержания кремния в испытуемых растворах

После построения градуировочного графика (7.3.5 или 7.3.6) считывают показания спектрометра при измерениях аналитических сигналов анализируемых растворов № 1 и № 2 (7.3.2) и поступают, как с градуировочными растворами (7.3.5, таблицы 3—5 или 7.3.6, таблицы 6—8) для каждого элемента.

Если показания спектрометра при повторном измерении градуировочных растворов выходят за пределы ± 2 % первоначального значения, полученного при построении градуировочного графика, проводят рекалибровку прибора и повторяют измерение образцов.

Находят содержание каждого элемента (мг/дм^3) в растворе холостого опыта и анализируемом растворе по градуировочному графику, переводя аналитический сигнал в концентрацию.

7.4 Определение химического состава (содержания цинка, алюминия, никеля и железа) методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии

Зарезервированный раствор образца 7.2 используют в качестве испытуемого раствора. Если остается некоторое количество нерастворенного вещества в растворе, нагревают стакан с раствором на горячей плите, пока остаток не растворится полностью. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

Если содержание элемента в испытуемом растворе по предварительным оценкам превышает 25 мг (таблица 3) или слишком большое, чтобы применить градуировочные серии, приведенные в 7.3.5, пипеткой отбирают 10 см^3 раствора образца в мерную колбу, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Определяют коэффициент разбавления D как объем мерной колбы, деленный на 10 см^3.

8 Представление результатов

8.1 Обработка результатов определения массы на единицу площади

8.1.1 Метод расчета

Рассчитывают массу покрытия на единицу площади C, г/м^2, по формуле

$$C = \{(m_1 - m_2)10^6\}/A, \quad (1)$$

где m_1 — масса образца с покрытием, г;

m_2 — масса образца без покрытия, г;

A — площадь поверхности образца, мм^2.

8.1.2 Прецизионность

С целью оценки прецизионности методов были проведены межлабораторные испытания этого метода в 15 лабораториях 9 стран для 9 уровней массы на единицу площади, каждая лаборатория выполнила по три определения (см. примечания 1 и 2).

Список использованных опытных образцов приведен в таблице В.1 (приложение В).

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

Полученные данные показывают логарифмическую зависимость между массой покрытия на единицу площади, пределом повторяемости r и пределами воспроизводимости R и R_w, как показано в таблице 9 (см. примечание 3). Графическое представление данных приводится в приложении С.

Таблица 9 — Пределы повторяемости и воспроизводимости массы на единицу площади поверхности

Масса на единицу площади, г/м^2	Электролитическое покрытие стали (значения нормативные)			Горячее оцинкование (значения информативные)		
	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости		Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости	
		R_w	R		R_w	R
15	1,26	1,66	3,28	—	—	—
25	1,26	1,66	3,28	—	—	—
50	—	—	—	6,76	8,92	13,98
100	—	—	—	6,76	8,92	13,98
150	—	—	—	6,76	8,92	13,98

Прецизионность результатов, рассчитанных для покрытий, полученных способом горячего погружения, была признана недостаточной. Это зависит не от используемого метода измерений, а от низкой однородности покрытия образцов, которые были приготовлены из промышленно изготовленной стали с покрытием. Поэтому данные прецизионности, полученные для образцов горячего погружения, приведены как справочные.

Примечания

1 Два из трех определений проводили в условиях повторяемости, как это установлено в ИСО 5725-1, т. е. один оператор, одна и та же аппаратура, идентичные условия эксплуатации, тот же градуировочный график и минимальный промежуток времени.

2 Третье определение было выполнено в другое время (на другой день), тем же оператором, как в примечании 1, с использованием той же аппаратуры, но с новым градуировочным графиком.

3 Из результатов, полученных в первый день, были рассчитаны пределы повторяемости r и воспроизводимости R по способу, установленному в ИСО 5725-2. Из первого результата, полученного в один день, и результата, полученного во второй день, был рассчитан предел внутрилабораторной воспроизводимости R_w по способу, изложенному в ИСО 5725-3.

8.2 Выражение результатов определения химического состава

8.2.1 Метод расчета

Из результатов определения содержания элемента в испытуемом растворе, полученных по 7.3.6 и 7.3.7, вычитают содержание элемента в растворе холостого опыта по 7.3.4.

Массовые доли определяемых элементов, %, вычисляют по формуле

$$w = (M_1 - M_0)D / (m_1 - m_2)\ 100, \qquad (2)$$

где M_1 — концентрация элемента в испытуемом растворе, мг/дм^3;

M_0 — концентрация элемента в растворе холостого опыта, мг/дм^3;

D — коэффициент разбавления (7.3.1);

m_1 — масса образца с покрытием, г (8.1.1);

m_2 — масса образца без покрытия, г (8.1.1).

Для определения содержания кремния суммируют значения w, полученные при анализе растворов № 1 и № 2.

8.2.2 Прецизионность

С целью оценки прецизионности методов были проведены межлабораторные испытания этого метода в 15 лабораториях 9 стран, каждая лаборатория выполнила по три определения (8.1.2, примечания 1, 2).

Список использованных опытных образцов приведен в таблице В.1.

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

Полученные данные показывают логарифмическую зависимость между содержанием анализируемого элемента, пределом повторяемости r и пределами воспроизводимости R и R_w, как приведено в таблицах 10—14 (8.1.2, примечание 3). Графические представления данных приведены в приложении С.

Таблица 10 — Пределы повторяемости и воспроизводимости определения массовых долей цинка (только для ИСП)

Массовая доля цинка, %	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости	
		R_w	R
40,0	0,990	1,274	2,523
50,0	1,088	1,418	2,831
100,0	1,460	1,978	4,053

Таблица 11 — Пределы повторяемости и воспроизводимости определения массовых долей алюминия

Массовая доля алюминия, %	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости	
		R_w	R
0,02	0,002	0,003	0,008
0,05	0,003	0,007	0,016
0,1	0,006	0,012	0,027
0,2	0,011	0,020	0,047
0,5	0,024	0,041	0,096
1,0	0,044	0,070	0,165
2,0	0,081	0,121	0,284
5,0	0,178	0,246	0,582
10,0	0,324	0,423	1,000
20,0	0,592	0,725	1,719
50,0	1,307	1,480	3,519
60,0	1,531	1,707	4,058

Таблица 12 — Пределы повторяемости и воспроизводимости определения массовых долей железа

Массовая доля железа, %	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости	
		R_w	R
0,2	0,063	0,076	0,185
0,5	0,129	0,150	0,375
1,0	0,221	0,250	0,640
2,0	0,380	0,418	1,093
5,0	0,776	0,824	2,216
10,0	1,333	1,377	3,783
20,0	2,290	2,300	6,458

Таблица 13 — Пределы повторяемости и воспроизводимости определения массовых долей кремния

Массовая доля кремния, %	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости	
		R_w	R
0,20	0,025	0,037	0,183
0,50	0,052	0,072	0,308
1,00	0,090	0,118	0,456
2,00	0,156	0,194	0,675
5,00	0,322	0,374	1,135
10,00	0,557	0,616	1,682

Таблица 14 — Пределы повторяемости и воспроизводимости определения массовых долей никеля

Массовая доля никеля, %	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости	
		R_w	R
13,12	0,37	0,46	1,41

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) всю информацию о лаборатории, дате проведения испытаний и сведения, необходимые для идентификации образца;

b) ссылку на метод , применяемый в настоящем стандарте;

c) результаты испытаний и способы их обработки;

d) используемые аналитические линии;

e) любые необычные особенности, имевшие место в процессе определения;

f) любые дополнительные операции, способные повлиять на результаты испытаний.

Приложение А
(справочное)

Содержание аналита

Содержание аналита в испытуемом растворе, связанное с массой покрытия и его массовой долей в процентах в покрытии, показано в таблице А.1. В этой таблице приведены средние значения массы покрытия, снятой с квадратных образцов со стороной размером 50 мм.

Таблица А.1 — Содержание аналита

Масса покрытия, г/м^2	Масса покрытия на образцах, мг	Массовая доля аналита в покрытии, %								
		0,01	0,02	0,1	0,2	1	2	10	20	100
		Содержание элемента в квадратном образце со стороной размером 50 мм, мг								
20	50	0,005	0,01	0,05	0,1	0,5	1	5	10	50
40	100	0,01	0,02	0,10	0,2	1,0	2	10	20	100
60	150	0,015	0,03	0,15	0,3	1,5	3	15	30	150
80	200	0,02	0,04	0,20	0,4	2,0	4	20	40	200
100	250	0,025	0,05	0,25	0,5	2,5	5	25	50	250
120	300	0,03	0,06	0,30	0,6	3,0	6	30	60	300
140	350	0,035	0,07	0,35	0,7	3,5	7	35	70	350
160	400	0,04	0,08	0,40	0,8	4,0	8	40	80	400
180	450	0,045	0,09	0,45	0,9	4,5	9	45	90	450
200	500	0,05	0,10	0,50	1,0	5,0	10	50	100	500

Приложение В
(справочное)

Дополнительная информация о проведенных международных испытаниях

Данные повторяемости и воспроизводимости, приведенные в таблицах 9—14 настоящего стандарта, были рассчитаны по результатам международных аналитических испытаний, выполненных в 1999 г. на 10 образцах стали в 9 странах и 15 лабораториях. Графическое представление данных прецизионности показано в приложении С. Используемые образцы перечислены в таблице В.1. Данные прецизионности представлены в таблицах В.2—В.7.

Таблица В.1 — Испытуемые образцы

Образец	Масса покрытия, г/м^2	Установленный химический состав, массовая доля, %				
		Zn	Fe	Al	Ni	Si
511 Zn (1)	140	99	0,1	0,4	—	—
512 Zn-Fe (1)	60	88	12	0,27	—	—
513 Zn (2)	20	99	0,1	—	—	—
514 Zn-Ni (2)	20	86	0,4	—	12	—
515 Zn-5 %Al (1)	130	95	0,2	4	—	0,06
516 Zn-55 %Al (1)	80	43	2,0	55	—	1,6
517 Al (1)	32	Нет данных	0,5	89	—	10
518 Zn (1)	110	99	Менее 0,01	0,45	—	—
519 Zn-55 %Al (1)	75	43,5	0,4	54	—	2
Примечание — В настоящей таблице использованы следующие обозначения: (1) — горячее оцинкование; (2) — электролитическое оцинкование.						

Таблица В.2 — Данные прецизионности при определении массы покрытия образцов

Образец	Масса на единицу площади, г/м^2	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости	
			R_w	R
513	17,86	1,35	1,84	3,03
514	20,46	1,17	1,47	3,53
517	37,92	3,91	23,72	22,48
512	57,15	5,93	6,37	8,32
519	75,90	4,50	6,58	12,72
516	80,82	5,10	6,98	9,23
518	116,86	5,65	7,46	14,34
515	131,20	9,66	11,09	22,22
511	139,31	9,70	15,09	17,05

Таблица В.3 — Используемые образцы и данные прецизионности при определении цинка

Образец	Массовая доля цинка, %	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости	
			R_w	R
516	42,36	0,75	1,13	2,59
519	44,04	2,06	1,48	2,76
514	86,40	2,37	5,11	8,72
512	88,45	1,88	2,48	5,69
515	95,21	1,10	2,44	2,24
513	98,70	2,31	1,75	3,19
518	99,04	1,20	1,82	2,36
511	99,06	0,19	0,50	2,13

Таблица В.4 — Используемые образцы и данные прецизионности при определении алюминия

Образец	Массовая доля алюминия, %	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости	
			R_w	R
512	0,267	0,023	0,035	0,143
518	0,543	0,024	0,029	0,064
515	4,06	0,14	0,20	0,32
519	52,82	1,15	1,29	3,75
516	54,72	1,12	1,08	3,51
517	81,73	3,03	3,97	7,14

Таблица В.5 — Используемые образцы и данные прецизионности при определении никеля

Образец	Массовая доля никеля, %	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости	
			R_w	R
514	13,12	0,37	0,46	1,41

Таблица В.6 — Используемые образцы и данные прецизионности при определении железа

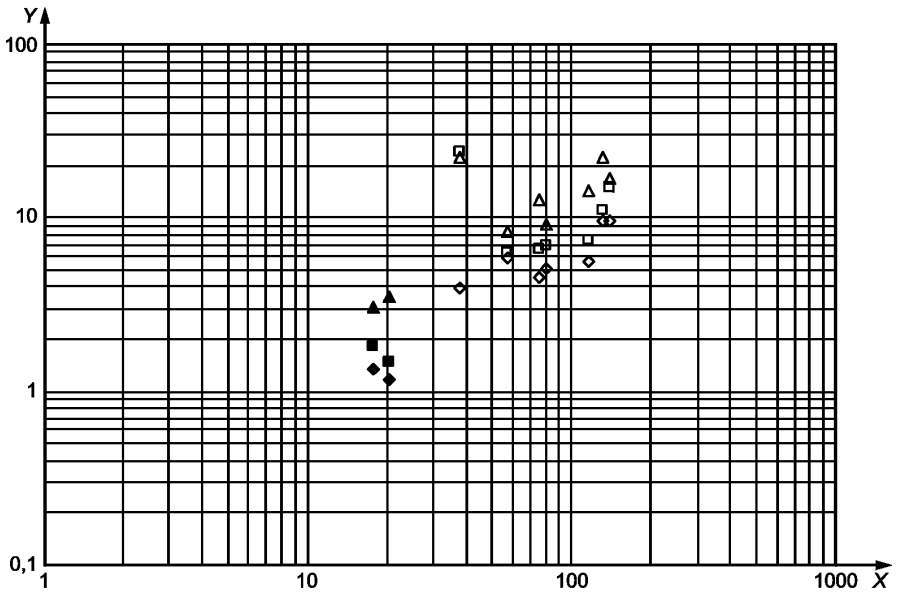
Образец	Массовая доля железа, %	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости	
			R_w	R
515	0,073	0,016	0,023	0,096
518	0,100	0,026	0,024	0,056
511	0,121	0,045	0,049	0,063
513	0,325	0,146	0,239	0,488
514	0,347	0,168	0,170	0,806
519	1,04	0,10	0,15	0,41
516	1,28	0,10	0,13	0,32
517	7,71	1,32	1,48	7,25
512	11,93	1,13	0,85	1,84

Таблица В.7 — Используемые образцы и данные прецизионности при определении кремния

Образец	Массовая доля кремния, %	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости	
			R_w	R
515	0,028	0,005	0,009	0,074
516	1,31	0,08	0,15	0,43
519	1,61	0,18	0,15	0,34
517	7,81	0,45	0,54	2,49

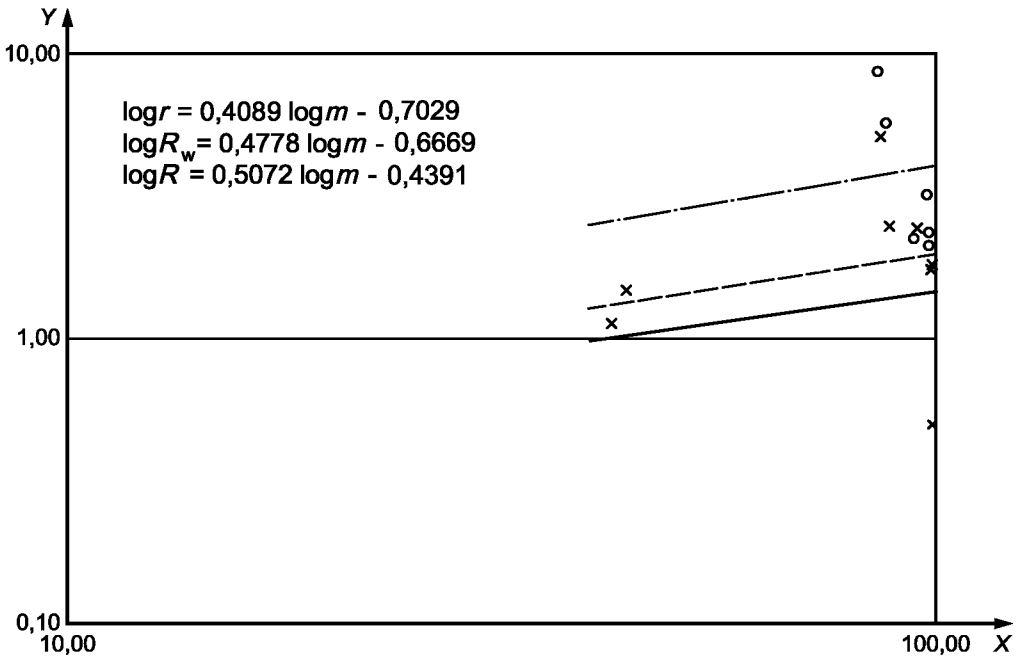
Приложение С
(справочное)

Графическое представление данных прецизионности



X – масса покрытия, г/м^2;
Y – прецизионность, г/м^2;
◆ – r (электролитическое оцинкование Zn-Ni);
■ – R_w (электролитическое оцинкование Zn-Ni);
▲ – R (электролитическое оцинкование Zn-Ni);
◇ – r (горячее оцинкование);
□ – R_w (горячее оцинкование);
△ – R (горячее оцинкование)

Рисунок С.1 — Данные прецизионности для определения массы покрытия



X – массовая доля цинка, %;

Y – прецизионность, массовая доля, %;

o – *R*;

× – R_w;

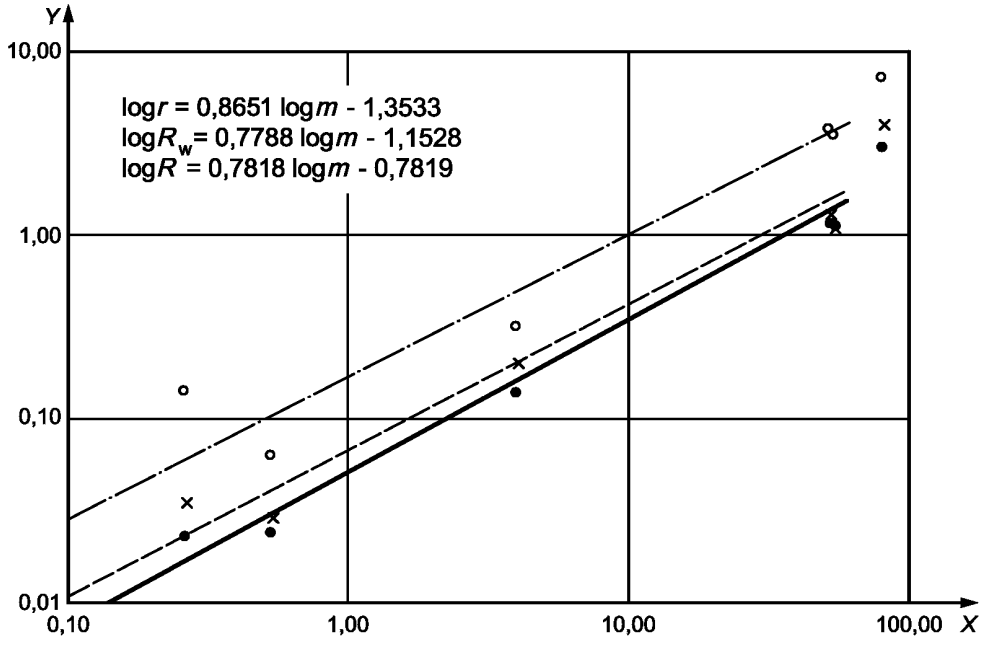
● – *r*;

—·— – *R*;

— — — – R_w;

——— – *r*

Рисунок С.2 — Данные прецизионности для определения цинка



X – массовая доля алюминия, %;

Y – прецизионность, массовая доля, %;

o – *R*;

× – R_w;

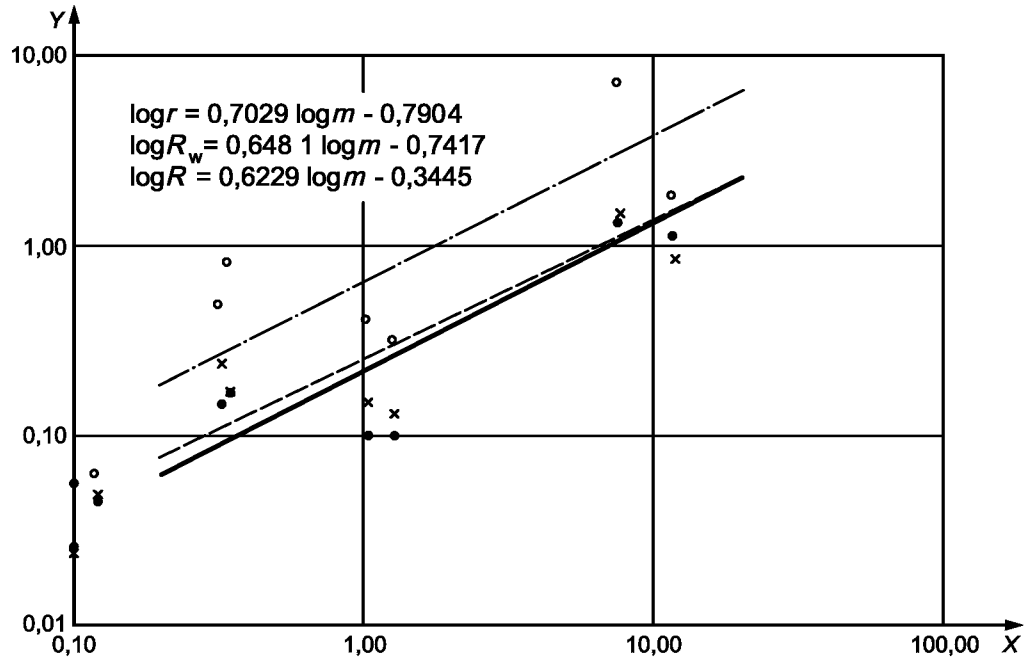
● – *r*;

—·— – *R*;

— — — – R_w;

——— – *r*

Рисунок С.3 — Данные прецизионности для определения алюминия



X – массовая доля железа, %;

Y – прецизионность,массовая доля, %;

o – *R*;

× – R_w;

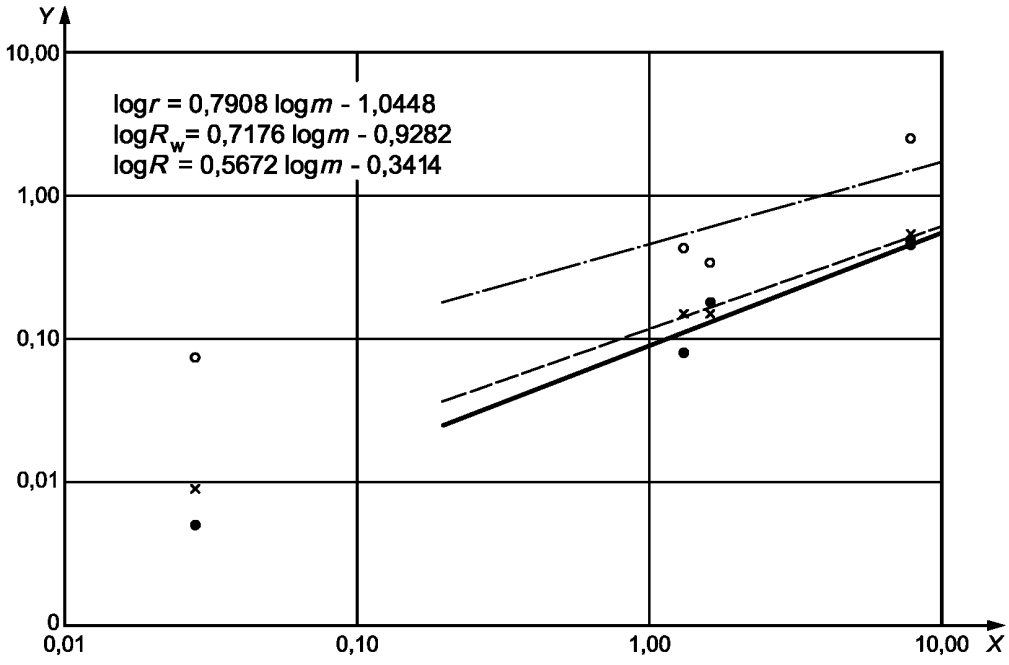
● – *r*;

—·— – *R*;

— — — – R_w;

——— – *r*

Рисунок С.4 — Данные прецизионности для определения железа



X – массовая доля кремния, %;

Y – прецизионность, массовая доля, %;

o – *R*;

× – R_w;

● – *r*;

—·— – *R*;

— — — – R_w;

——— – *r*

Рисунок С.5 — Данные прецизионности для определения кремния

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 отметкой»
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 ИСО 5725-2—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»

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированные стандарты.

УДК 669.14:620.196.2:006.354 ОКС 77.080.20 25.220.40 В39 ОКСТУ 0709

Ключевые слова: покрытия на стали, цинк, алюминий, определение, химический состав, масса покрытия, метод, гравиметрический, спектрометрический, атомно-эмиссионный с индуктивно связанной плазмой, пламенный атомно-абсорбционный

Редактор *Л. И. Нахимова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *С. И. Фирсова*
Компьютерная верстка *А. П. Финогеновой*

Сдано в набор 29.01.2014. Подписано в печать 08.04.2014. Формат $60\times84^{1}/_{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 3,72. Уч.-изд. л. 2,70. Тираж 71 экз. Зак. 184.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано в Калужской типографии стандартов, 248021 Калуга, ул. Московская, 256.

gost.e-ecolog.ru