ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 10280— 2010

СТАЛЬ И ЧУГУН

Определение содержания титана. Спектрофотометрический метод с применением диантипирилметана

ISO 10280:1991
Steel and iron — Determination of titanium content — Diantipyrylmethane spectrophotometric method
(IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», Техническим комитетом по стандартизации ТК 145 «Методы контроля металлопродукции» на основе собственного аутентичного 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 21 декабря 2010 г. № 912-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 10280:1991 «Сталь и чугун. Определение содержания титана. Спектрофотометрический метод с применением диантипирилметана» (ISO 10280:1991 «Steel and iron — Determination of titanium content — Diantipyrylmethane spectrophotometric method»).

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2012

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 2
4 Реактивы 2
5 Аппаратура 2
6 Отбор проб 3
7 Проведение анализа 3
8 Обработка результатов 5
9 Особый случай 6
10 Протокол испытания 7
Приложение А (справочное) Дополнительная информация о проведении международного эксперимента 8
Приложение В (справочное) Графическое представление данных прецизионности 9
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным национальным стандартам Российской Федерации (и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам) 10

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СТАЛЬ И ЧУГУН

Определение содержания титана. Спектрофотометрический метод с применением диантипирилметана

Steel and iron. Determination of titanium content. Diantipyrylmethane spectrophotometric method

Дата введения — 2012—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод с применением диантипирилметана для определения содержания титана в стали и чугуне.

Метод применим для определения массовых долей титана в диапазоне от 0,002 % до 0,800 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ИСО 377-2:1989[1)] Отбор и приготовление образцов для испытаний из деформируемых сталей. Часть 2. Образцы для определения химического состава (ISO 377-2:1989 Selection and preparation of samples and test pieces of wrought steels; part 2: samples for the determination of the chemical composition)

ИСО 385-1:1984[2)] Посуда лабораторная. Бюретки. Часть 1. Общие требования (ISO 385-1:1984, Laboratory glassware — Burettes — Part 1: General requirements)

ИСО 648:1977[3)] Посуда лабораторная. Пипетки с одной меткой (ISO 648:1977, Laboratory glassware — One-mark pipettes)

ИСО 1042:1998 Посуда лабораторная. Колбы мерные с одной меткой (ISO 1042:1983, Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks)

ИСО 5725:1986[4)] Прецизионность методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости результатов стандартного метода с помощью межлабораторных испытаний (ISO 5725:1986 Precision of test methods; Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests)

[1)] Действует ИСО 14284:1996 «Сталь и чугун. Отбор и приготовление образцов для определения химического состава».

[2)] Действует ИСО 385:2005 «Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки».

[3)] Действует ИСО 648:2008 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой».

[4)] Действуют ИСО 5725-1:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения»,

ИСО 5725-2:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения»,

ИСО 5725-3:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерения»,

ИСО 5725-4:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерения»,

ИСО 5725-5:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений»,

ИСО 5725-6:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Издание официальное

3 Сущность метода

Метод основан на растворении аналитической навески в хлористоводородной, азотной и серной кислотах.

Доплавление нерастворимого остатка с кислым сернокислым калием в качестве плавня.

Образование желтого комплекса с 4,4-диантипирилметаном.

Спектрофотометрические измерения окрашенного комплекса при длине волны около 385 нм.

4 Реактивы

4.1 Железо высокой чистоты, содержащее менее 2 мкг Ti/г.

4.2 Кислый сернокислый калий ($KHSO_4$).

4.3 Углекислый натрий (Na_2CO_3), безводный.

4.4 Хлористоводородная кислота, плотностью 1,19 г/см^3.

4.5 Азотная кислота, плотностью 1,40 г/см^3.

4.6 Фтористоводородная кислота, плотностью 1,15 г/см^3.

4.7 Хлористоводородная кислота, плотностью 1,19 г/см^3, разбавленная 1:1.

4.8 Хлористоводородная кислота, плотностью 1,19 г/см^3, разбавленная 1:3.

4.9 Серная кислота, плотностью 1,84 г/см^3 , разбавленная 1:1.

4.10 Винная кислота, раствор, плотностью 100 г/дм^3.

4.11 Аскорбиновая кислота, раствор, плотностью 100 г/дм^3.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

4.12 Щавелевокислый аммоний, раствор

Растворяют 6 г моногидрита щавелевокислого аммония [$(COONH_4)_2{\cdot}H_2O$] в воде и разбавляют до 200 см^3.

4.13 Железо, раствор, 12,5 г/дм^3

Растворяют 1,25 г железа (4.1) в 10 см^3 хлористоводородной кислоты (4.7) при осторожном нагревании, добавляют 5 см^3 азотной кислоты (4.5) и кипятят до тех пор, пока объем раствора не уменьшится приблизительно до 10 см^3. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 с одной меткой, разбавляют до метки водой и перемешивают.

4.14 Раствор холостого опыта

Готовят раствор холостого опыта параллельно с определением титана, используя те же количества реактивов, которые были взяты для определения титана в образце, но не в железе. Необходимо следовать методике по 7.3.1 и 7.3.2, далее раствор разбавляют водой до 100 см^3.

4.15 Раствор диантипирилметана

Растворяют 4 г моногидрата — 4,4′ метилен-*бис* (2,3-диметил-1-фенил-5-пиразолон), $C_{23}H_{24}O_2N_4 \cdot H_2O$, (диантипирилметана) в 20 см^3 хлористоводородной кислоты (4.7) и разбавляют водой до 100 см^3.

4.16 Стандартный раствор титана

4.16.1 Основной раствор, содержащий 1 г/дм^3 титана, готовят следующим образом. Навеску 0,500 г высокочистого титана металлического со степенью чистоты более 99,9 % взвешивают с точностью до 0,0001 г и помещают в стакан вместимостью 300 см^3. Добавляют 180 см^3 серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3, разбавленной 1:3, накрывают часовым стеклом, осторожно нагревают до полного растворения металла, окисляют азотной кислотой (4.5), добавляемой по каплям. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

В 1 см^3 этого раствора содержится 1,0 мг титана.

4.16.2 Стандартный раствор, содержащий 50 мг Ti/дм^3, готовят следующим образом. 10,0 см^3 основного раствора титана (4.16.1) помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

1 см^3 этого раствора содержит 50 мкг титана.

Примечание — Если нет других указаний, используют реактивы установленной аналитической степени чистоты и дистиллированную воду, дополнительно очищенную перегонкой или другим способом.

5 Аппаратура

Вся мерная стеклянная посуда должна быть класса А в соответствии с ИСО 385-1, ИСО 648 или ИСО 1042.

Обычное лабораторное оборудование, а также оборудование, перечисленное в 5.1, 5.2.

5.1 Тигель платиновый или из сплава платины с золотом вместимостью 30 $см^3$.

5.2 Спектрофотометр должен обеспечивать измерение оптической плотности на длине волны 385 нм.

Установку длины волны необходимо выполнять с точностью до ± 2 нм или менее. При измерении значений оптической плотности от 0,05 до 0,85 следует добиваться повторяемости аналитического сигнала с точностью ± 0,003 или менее.

6 Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с ИСО 14284.

7 Проведение анализа

7.1 Аналитическая навеска

Взвешивают аналитическую навеску с точностью до 0,0005 г в соответствии с предполагаемыми массовыми долями титана:

а) для содержания титана в диапазоне массовых долей от 0,002 % до 0,125 % навеска равна 1,00 г;

б) для содержания титана в диапазоне массовых долей от 0,1255 % до 0,80 % навеска равна 0,50 г.

7.2 Холостой опыт

Параллельно определению титана в образце, по той же методике, проводят холостой опыт, используя то же количество всех реактивов и ту же кювету для измерения оптической плотности, применяя в качестве аналитической навески взвешенное эквивалентное количество железа (4.1).

7.3 Определение титана

7.3.1 Растворение аналитической навески

Помещают навеску (7.1) в химический стакан вместимостью 250 $см^3$, добавляют 20 $см^3$ хлористоводородной кислоты (4.4), закрывают стакан часовым стеклом и растворяют при температуре от 70 °С до 90 °С до прекращения растворения. Добавляют 5 $см^3$ азотной кислоты (4.5) и выпаривают до тех пор, пока объем раствора не достигнет примерно 10 $см^3$.

Раствор охлаждают, добавляют 20 $см^3$ серной кислоты (4.9) и выпаривают до появления белых паров триоксида серы (SO_3). Непосредственно перед появлением паров (SO_3) начинается образование твердых частиц солей, что может привести к выбросу раствора из стакана, поэтому нагревать это следует осторожно. После появления паров SO_3 выделяется смесь твердых солей, при высокой температуре жидкость может быстро испариться. Избыточного выпаривания необходимо избегать, в частности, в случае анализа хромосодержащих сплавов, поскольку выпавшие соли хрома трудно поддаются повторному растворению.

После охлаждения раствора, добавляют 20 $см^3$ хлористоводородной кислоты (4.8) и осторожно нагревают до повторного растворения солей.

Полученный раствор фильтруют через беззольную фильтровальную бумагу со средней плотностью и промывают горячей водой, снова промывают в 10 $см^3$ хлористоводородной кислоты (4.7), а потом промывают в горячей воде. Фильтрат сохраняют.

7.3.2 Обработка нерастворимого остатка

Фильтровальную бумагу с остатком помещают в тигель (5.7), высушивают и озоляют при такой низкой температуре, насколько это возможно, пока все содержащие углерод вещества не удалятся, далее выдерживают при температуре примерно 700 °С в течение примерно 15 мин. Охлаждают, добавляют несколько капель серной кислоты (4.9) и 2 $см^3$ фтористоводородной кислоты (4.6), выпаривают до сухого остатка и прокаливают при температуре 700 °С.

Примечание — Для аналитических навесок, содержащих вольфрам, обработка осуществляется в соответствии с разделом 9.

Прокаленный остаток сплавляют с 1,0 г кислого сернокислого калия (4.2) на бунзеновской горелке и охлаждают. Плав растворяют при нагревании в 10 $см^3$ раствора винной кислоты (4.10) и добавляют к основному фильтрату. Переносят все в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ или 200 $см^3$ в соответствии с таблицей 1, разбавляют водой до метки и перемешивают.

7.3.3 Развитие окраски

Помещают две аликвотные части раствора в соответствии с таблицей 1 в отдельные мерные колбы вместимостью 50 $см^3$, чтобы готовить анализируемый раствор и раствор сравнения. Вводят добавки с помощью бюреток или пипеток, перемешивая раствор после каждой добавки.

a) Анализируемый раствор:

- раствор железа (4.13), если необходимо (таблица 1);
- раствор холостого опыта (4.14), если необходимо (таблица 1);
- 2,0 $см^3$ раствора щавелевокислого аммония (4.12);
- 6,0 $см^3$ хлористоводородной кислоты (4.7);
- 8,0 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты (4.11), после добавления необходима выдержка в течение 5 мин;
- 10,0 $см^3$ раствора диантипирилметана (4.15).

b) Раствор сравнения:

- раствор железа (4.13), если необходимо (таблица 1);
- раствор холостого опыта (4.14) , если необходимо (таблица 1);
- 2,0 $см^3$ раствора щавелевокислого аммония (4.12);
- 8,0 $см^3$ хлористоводородной кислоты (4.7);
- 8,0 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты (4.11), после добавления необходима выдержка в течение 5 мин.

Растворы a) и b) разбавляют до метки водой и перемешивают. Растворы выдерживают 30 мин при температуре от 20 °С до 30 °С. Если температура находится в диапазоне от 15 °С до 20 °С, необходимо увеличить время выдержки до 60 мин.

7.3.4 Спектрофотометрические измерения

Устанавливают длину волны на спектрофотометре (5.2) 385 нм.

Помещают оптическую кювету, содержащую воду, в спектрометр и устанавливают прибор на нулевую отметку абсорбции. Выбирают кювету с размером подходящим для охвата необходимого диапазона (таблица 1). При изменении размера кюветы необходимо повторно установить спектрометр на нуль абсорбции, используя новую кювету.

Измеряют оптическую плотность окрашенных растворов и растворов сравнения для анализируемого образца и раствора холостого опыта.

Для каждой пары показаний величин абсорбции определяют оптическую плотность анализируемого раствора путем вычитания показания величины абсорбции раствора сравнения из величины суммарной абсорбции.

Таблица 1

Массовая доля титана, %	Масса аналитической навески, г	Вместимость мерной колбы анализируемого раствора, $см^3$	Объем аликвотной части раствора, $см^3$	Объем добавленного раствора железа, $см^3$	Объем добавленного раствора холостого опыта, $см^3$	Длина оптического пути кюветы, см
0,002—0,050	1,0	100	10,0	—	—	2
0,050—0,125	1,0	100	10,0	—	—	1
0,125—0,50	0,5	200	10,0	6,0	5,0	1
0,50—0,80	0,5	200	5,0	7,0	7,5	1

7.4 Построение градуировочного графика

7.4.1 Подготовка градуировочных растворов

Навески железа (4.1) массой 1,000 г, взвешенные с точностью до 0,001 г, помещают в серию стаканов вместимостью 250 $см^3$. Добавляют объем стандартного раствора титана (4.16.2) по таблице 2 и далее проводят анализ по 7.3.1.

Затем добавляют 10 $см^3$ хлористоводородной кислоты (4.7), 1,0 г кислого сернокислого калия (4.2) и 10 $см^3$ раствора винной кислоты (4.10) к каждому фильтрату, хорошо перемешивают до полного растворения. Раствор охлаждают, помещают в серию мерных колб вместимостью 100 $см^3$, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть объемом 10,0 $см^3$ каждого градуировочного раствора помещают в отдельную мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и добавляют реактивы для полного проявления окраски, как указано в 7.3.3.

Нет необходимости добавлять раствор железа (4.13) и раствор холостого опыта (4.14).

Примечание — Нет необходимости готовить раствор сравнения для каждого градуировочного раствора. Готовят раствор сравнения только для нулевого раствора и измеряют относительно этого раствора оптическую плотность каждого градуировочного раствора.

Таблица 2

Массовая доля титана, %	Стандартный раствор титана, $см^3$	Концентрация титана окрашенного градуировочного раствора, $мкг/см^3$	Массовая доля титана, соответствующая аналитической навеске, %
0,002—0,050	0[1)] 1 3 5 7 10	0 0,1 0,3 0,5 0,7 1,0	0 0,005 0,015 0,025 0,035 0,050
0,050—0,125	0 5 10 15 20 25	0 0,5 1,0 1,5 2,0 2,5	0 0,025 0,050 0,075 0,100 0,125
0,125—0,500	0 5 10 15 20 25	0 0,5 1,0 1,5 2,0 2,5	0 0,100 0,200 0,300 0,400 0,500
0,50—0,80	0[1)] 5 10 15 20	0 0,5 1,0 1,5 2,0	0 0,20 0,40 0,60 0,80

[1)] Нулевой раствор.

7.4.2 Спектрофотометрические измерения

Выполняют спектрофотометрические измерения каждого раствора по 7.3.4. Для предполагаемых массовых долей титана до 0,050 % выполняют измерения в кювете длиной оптического пути 2 см. Для остальных растворов измерения выполняют в кювете с длиной оптического пути 1 см.

7.4.3 Построение градуировочного графика

По найденным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им концентрациям титана в $мкг/см^3$ строят градуировочные графики.

8 Обработка результатов

8.1 Метод расчета

По значениям оптической плотности окрашенных анализируемых растворов (7.3.4) находят, используя градуировочный график (7.4.3), концентрации титана в $мкг/см^3$.

Массовую долю титана W_{Ti}, %, вычисляют по формуле

$$W_{Ti} = (\rho_{Ti,\,1} - \rho_{Ti,\,0})\,\frac{1}{10^6}\cdot\frac{V_0}{V_1}\cdot\frac{V_t}{m}\cdot 100 = (\rho_{Ti,\,1} - \rho_{Ti,\,0})\,\frac{1}{10^6}\cdot\frac{V_0}{V_1}\cdot\frac{50}{m}\cdot 100 = \frac{V_0(\rho_{Ti,1} - \rho_{Ti,0})}{200 m V_1},$$

где $\rho_{Ti,\,0}$ — концентрация титана в растворе холостого опыта (с поправкой на его раствор сравнения), $мкг/см^3$;

$\rho_{Ti,1}$ — концентрация титана в анализируемом растворе (с поправкой на раствор сравнения), мкг/см^3;

V_0 — объем анализируемого раствора (таблица 1), см^3;

V_1 — объем аликвотной части (таблица 1), см^3;

V_t — объем окрашенного раствора (7.3.3), см^3;

m — масса аналитической навески (7.1), г.

8.2 Прецизионность

Экспериментальная проверка данного метода проводилась в 17 лабораториях для девяти уровней содержания титана, причем каждая лаборатория проводила по три определения для каждого содержания титана (примечания 1 и 2).

Используемые испытуемые образцы приведены в таблице А.1.

Полученные результаты обрабатывались в соответствии с ИСО 5725.

Полученные данные показали логарифмическую зависимость между содержанием титана, повторяемостью (сходимостью) r и воспроизводимостью R и R_w результатов испытания (примечание 3), как указано в таблице 3.

Графическое представление точностных характеристик дано в приложении В.

Примечания

1 Два из трех определений выполнялись в условиях повторяемости (сходимости), как указано в ИСО 5725, т. е. один оператор, та же аппаратура, идентичные условия выполнения измерений, один и тот же градуировочный график, в пределах минимального периода времени.

2 Третье измерение выполнялось в разные периоды времени (в разные дни) тем же оператором (см. примечание 3) с использованием той же аппаратуры, но с новым градуировочным графиком.

3 Исходя из полученных результатов, в первый день повторяемость (сходимость) r и воспроизводимость R рассчитывались по ИСО 5725. Из первого результата, полученного в первый день, и результата, полученного во второй день, рассчитывалась межлабораторная воспроизводимость (R_w).

Таблица 3

Массовая доля титана, %	Предел повторяемости (сходимости) r,%	Предел воспроизводимости, %	
		R	R_w
0,002	0,00035	0,00080	0,00068
0,005	0,00054	0,00130	0,00099
0,010	0,00075	0,00200	0,00130
0,025	0,00120	0,00330	0,00190
0,050	0,00160	0,00480	0,00250
0,100	0,00220	0,00710	0,00340
0,250	0,00340	0,01190	0,00490
0,500	0,00470	0,01750	0,00650
0,800	0,00580	0,02270	0,00780

9 Особый случай

При разложении аналитической навески, содержащей вольфрам, нерастворимый остаток, полученный после обработки его серной и фтористоводородной кислотами, высушивания и прокаливания при 700 °С, сплавляют с 5 г карбоната натрия (4.3) при 950 °С. Охлажденный плав растворяют в 200 см^3 воды. Нагревают раствор до кипения и фильтруют через фильтровальную бумагу средней плотности, затем промывают фильтр горячей водой, фильтрат отбрасывают. Фильтр с осадком помещают в тигель (5.1), высушивают и прокаливают при температуре 700 °С.

Продолжают операции по 7.3.2, начиная со слов: «Прокаленный остаток сплавляют с 1,0 г кислого сернокислого калия (4.2)...» и до конца.

Выполняют отдельный холостой опыт (7.2) и готовят отдельный раствор холостого опыта (4.14).

Примечание — Указанная операция проводится для учета влияния загрязнения реактивов.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- всю информацию, необходимую для идентификации образца, лаборатории и дату проведения анализа;
- ссылку на метод, приведенный в стандарте;
- результаты испытаний и способы их обработки;
- любые необычные явления, имевшие место в процессе определения;
- любые дополнительные операции, способные повлиять на результаты испытаний.

Приложение А
(справочное)

Дополнительная информация о проведении международного эксперимента

Таблица 3 получена по результатам международного эксперимента, выполненного на восьми стальных образцах и на одном образце чушкового чугуна в восьми странах в 17 лабораториях.

Графическое изображение данных прецизионности приведено в приложении В.

Используемые образцы для испытаний приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Образцы	Массовая доля титана, %		
	Сертифицировано	Получено	
		$w_{Ti,1}$	$w_{Ti,2}$
BHP-D3 (мягкая сталь)	0,002[1)]	0,0019	0,0019
NBS 11h (мягкая сталь)	0,004	0,0037	0,0036
JSS 500-5 (низколегированная сталь)	0,008	0,0061	0,0060
JSS 169-5 (мягкая сталь)	0,012	0,0107	0,0108
BCS 453 (мягкая сталь)	0,016	0,0141	0,0144
JSS 171-3 (мягкая сталь)	0,036	0,0350	0,0349
JSS 102-4 (чугун)	0,083	0,0809	0,0809
NBS 121d (нержавеющая сталь)	0,342	0,339	0,340
BCS 398 (постоянный магнитный сплав)	0,790	0,764	0,764

[1)] Данная проба была исключена из расчета, т. к. на пробу с таким содержанием титана данный метод не распространяется.

Примечание — $w_{Ti,1}$ — общее среднее значение результатов, полученных в течение одного дня; w_{Ti2} — общее среднее значение результатов с учетом данных двух дней.

Приложение В
(справочное)

Графическое представление данных прецизионности

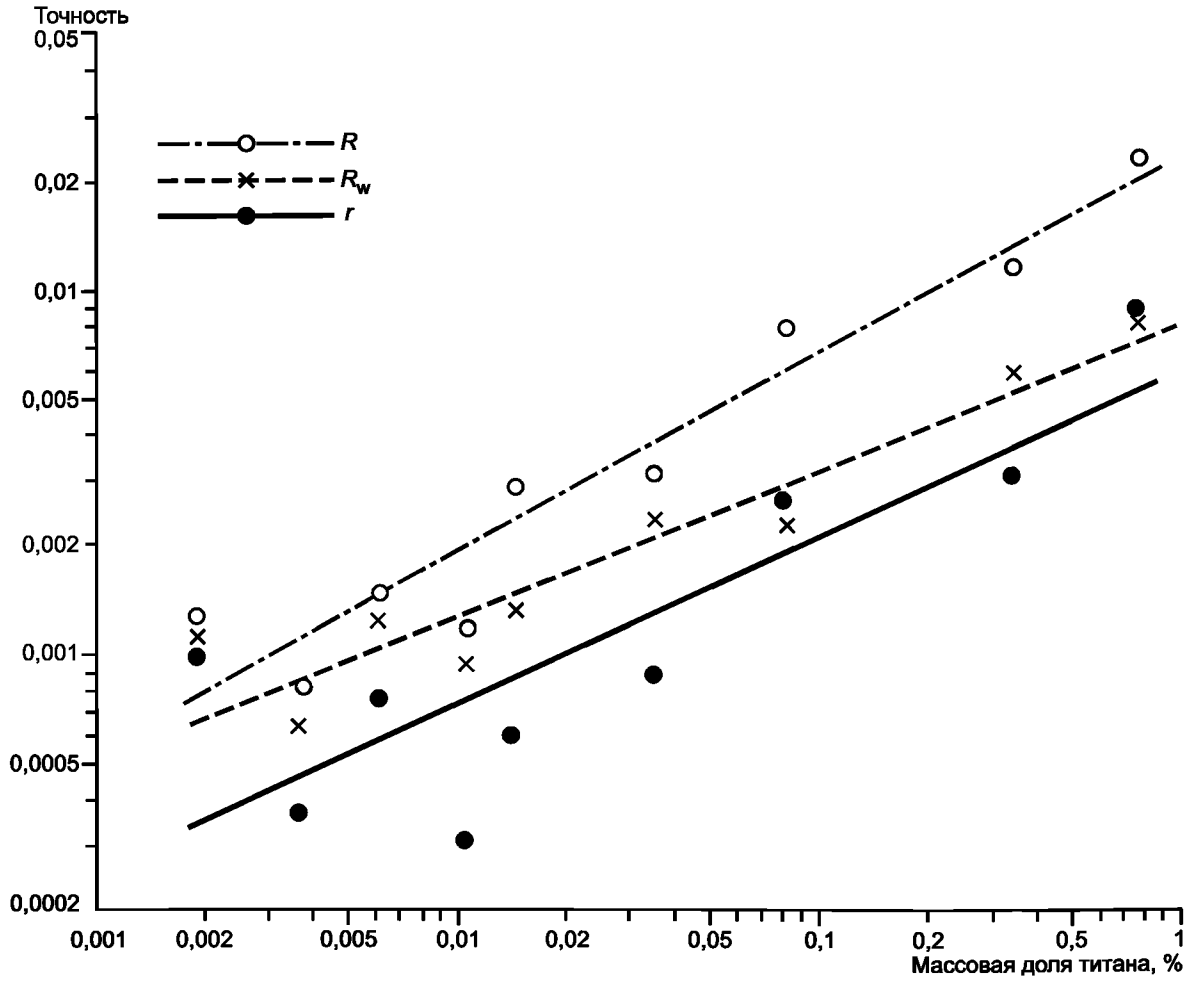


Рисунок В.1 — Логарифмические зависимости между массовыми долями титана (W_{Ti}), повторяемостью (r) и воспроизводимостью (R и R_w):

$$\lg r = 0,467 \lg W_{Ti,\,1} - 2,189;$$
$$\lg R_w = 0,558 \lg W_{Ti,\,1} - 1,590;$$
$$\lg R_w = 0,364 \lg W_{Ti,\,2} - 2,091,$$

где $W_{Ti,\,1}$ — среднее значение содержания титана, полученное в один день, %;
$W_{Ti,\,2}$ — среднее значение содержания титана, полученное в разные дни, %

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным 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 377-2:1989	IDT	ГОСТ Р ИСО 14284—2009 «Сталь и чугун. Отбор и подготовка образцов для определения химического анализа»
ИСО 385-1:1984	MOD	ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) «Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования»
ИСО 648:1977	MOD	ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой»
ИСО 1042:1998		*
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 5725-4:1994	IDT	ГОСТ Р ИСО 5725-4—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений»
ИСО 5725-5:1994	IDT	ГОСТ Р ИСО 5725-5—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерений»
ИСО 5725-6:1994	IDT	ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике»
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 669.14:620.2:006.354 ОКС 77.080.01 В 39 ОКСТУ 0709

Ключевые слова: сталь и чугун, определение содержания титана, спектрофотометрический метод с применением диантипирилметана

Редактор *Т.М. Кононова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.02.2012. Подписано в печать 11.03.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,25. Тираж 121 экз. Зак. 220.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru