ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 13898-4— 2007

Сталь и чугун

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НИКЕЛЯ, МЕДИ И КОБАЛЬТА. СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АТОМНОЙ ЭМИССИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

Часть 4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КОБАЛЬТА

ISO 13898-4:1997
Steel and iron — Determination of nickel, copper and cobalt contents — Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method — Part 4: Determination of cobalt content
(IDT)

Издание официальное

БЗ 10—2005/198

Москва
Стандартинформ
2007

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

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 июня 2007 г. № 146-ст

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 13898-4:1997 «Сталь и чугун. Определение содержания никеля, меди и кобальта. Спектрометрический метод атомной эмиссии с индуктивно связанной плазмой. Часть 4 Определение содержания кобальта» (ISO 13894-4:1997 «Steel and iron — Determination of nickel, copper and cobalt contents — Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method — Part 4: Determination of cobalt content»).

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

4 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, 2007

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 Общие требования 1
4 Реактивы и растворы 1
5 Аппаратура 2
6 Отбор проб 2
7 Подготовка и проведение анализа 2
8 Обработка результатов 3
9 Протокол испытания 4
Приложение А (справочное) Дополнительная информация по международным испытаниям 5
Приложение В (справочное) Графическое представление данных по прецизионности. 6
Приложение С (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным стандартам 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Сталь и чугун

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НИКЕЛЯ, МЕДИ И КОБАЛЬТА. СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АТОМНОЙ ЭМИССИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

Часть 4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КОБАЛЬТА

Steel and iron. Determination of nickel, copper and cobalt contents. Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method. Part 4. Determination of cobalt content

Дата введения — 2008—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает спектрометрический атомно-эмиссионный с индуктивно связанной плазмой метод определения кобальта в нелегированных сталях и чугунах.

Метод применим для определения массовой доли кобальта в диапазоне 0,001 % — 0,10 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ИСО 5725-1:2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ИСО 5725-2:2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ИСО 5725-3:2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ИСО 13898-1:1997 Сталь и чугун. Определение содержания никеля, меди и кобальта. Спектрометрический метод атомной эмиссии с индуктивно связанной плазмой. Часть 1. Общие требования и отбор проб

ИСО 14284:1996 Сталь и чугун. Отбор и подготовка проб для химического анализа

3 Общие требования

Общие требования — по ИСО 13898-1.

4 Реактивы и растворы

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

Дополнительные требования к реактивам — по ИСО 13898-1.

Издание официальное

4.1 Стандартный раствор кобальта

4.1.1 Основной раствор — 1,0 г/ дм^3 кобальта.

Приготовление стандартного раствора из металлического кобальта: навеску пробы массой 1,0000 г, взятую с точностью до 0,1 мг и чистотой более 99,99 %, помещают в стакан вместимостью 200 см^3. Добавляют 50 см^3 азотной кислоты (ИСО 13898-1, 4.3), закрывают часовым стеклом , постепенно нагревают и кипятят до растворения. Охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, после чего доводят до метки водой и перемешивают.

1 см^3 стандартного раствора содержит 1,0 мг кобальта.

4.1.2 Стандартный раствор, соответствующий 0,020 г/дм^3 кобальта.

10,0 см^3 стандартного раствора кобальта (4.1.1) переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 , доводят до метки водой и перемешивают.

Стандартный раствор готовят непосредственно перед применением.

1 см^3 стандартного раствора содержит 0,020 мг кобальта.

Если градуировочный график получается нелинейным, может быть использована дополнительная серия градуировочных растворов.

5 Аппаратура

Аппаратура должна соответствовать ИСО 13898-1.

6 Отбор проб

Отбор проб — по ИСО 14284.

7 Подготовка и проведение анализа

7.1 Навеску массой 1,000 г взвешивают с точностью до 1 мг.

7.2 Контрольный опыт , соответствующий образцу с нулевым содержанием кобальта, проводят по ИСО 13898-1, 7.2.

7.3 Проведение анализа

7.3.1 Приготовление испытуемого раствора — по ИСО 13898-1, 7.3.1.

7.3.2 Приготовление градуировочных растворов

Вносят в шесть химических стаканов вместимостью 200 см^3 каждый по (1,000 ± 0,001) г чистого железа (ИСО 13898-1, 4.1), добавляют в каждый из них 10 см^3 азотной кислоты (ИСО 13898-1, 4.3), накрывают часовым стеклом и медленно нагревают до прекращения бурного выделения паров. Добавляют 10 см^3 соляной кислоты (ИСО 13898-1, 4.2) и продолжают нагревание до полного растворения. Охлаждают до комнатной температуры и количественно переносят раствор в шесть мерных колб вместимостью 200 см^3 каждая, предварительно ополаскивая их минимальным количеством воды. Используя пипетку или бюретку, добавляют в мерные колбы стандартный раствор кобальта (4.1.2), объемы которого указаны в таблице 1.

Таблица 1 — Массовая доля кобальта от 0,001 % до 0,10 %

Объем стандартного раствора кобальта, см^3	Концентрация кобальта в градуировочном растворе, мкг/ см^3	Массовая доля кобальта в анализируемой пробе, %
0[1)]	0	0
5,0	0,50	0,010
10,0	1,00	0,020
20,0	2,00	0,040
30,0	3,00	0,060
50,0	5,00	0,100

[1)] Раствор с нулевой концентрацией определяемого элемента.

Если градуировочный график окажется нелинейным, может быть использована дополнительная градуировочная серия растворов (например из таблицы 2).

Таблица 2 — Массовая доля кобальта менее 0,010 %

Объем стандартного раствора кобальта, $см^3$	Концентрация кобальта в градуировочном растворе, мкг/ $см^3$	Массовая доля кобальта в анализируемой пробе, %
0[1)]	0	0
0,5	0,050	0,0010
1,0	0,100	0,0020
2,0	0,200	0,0040
3,0	0,300	0,0060
5,0	0,500	0,0100

[1)] Раствор с нулевой концентрацией определяемого элемента.

Если применяется методика внутреннего стандарта, то добавляют 2 $см^3$ раствора внутреннего стандарта со скандием (ИСО 13898-1, 4.4) или 10 $см^3$ раствора внутреннего стандарта с иттрием (ИСО 13898-1, 4.5). Доводят до метки водой и перемешивают.

7.4 Спектрометрические измерения

7.4.1 Оптимизация прибора

Выполняют операции по ИСО 13898-1, 7.4.1.

7.4.2 Измерения интенсивности излучения

Выполняют операции по ИСО 13898-1, 7.4.2.

7.4.3 Подготовка градуировочного графика

Выполняют операции по ИСО 13898-1, 7.4.3.

8 Обработка результатов

8.1 Выполняют операции по ИСО 13898-1, 8.1.

За результат анализа пробы принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, если расхождения между ними не превышают значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице 3 или рассчитанных по графику, приведенному в приложении В.

Таблица 3

В процентах

Массовая доля кобальта	Предел повторяемости (сходимости) *r*	Предел воспроизводимости *R*	Предел промежуточной прецизионности *Rw*
0,001	0,00018	0,00051	0,00030
0,002	0,00025	0,00070	0,00040
0,005	0,00037	0,00105	0,00057
0,010	0,00050	0,0014	0,00075
0,020	0,00068	0,0019	0,0098
0,050	0,00102	0,0029	0,0014
0,100	0,0014	0,0040	0,0018

8.2 Прецизионность

Плановые испытания настоящего метода проводились в 26 лабораториях 12 стран при восьми уровнях содержания кобальта. В каждой лаборатории выполнялись по три определения кобальта при каждом уровне его содержания (см. примечания настоящего подраздела).

Использованные образцы для испытаний приведены в таблице А.1 (приложение А).

Результаты обрабатывались статистически в соответствии с ИСО 5725-1, ИСО 5725-2, ИСО 5725-3 с использованием данных анализа указанных образцов, содержащих восемь уровней кобальта в пределах рабочего диапазона.

Полученные данные показали наличие логарифмической зависимости между массовой долей кобальта и пределом повторяемости (сходимости) *r*, а также показателями предела воспроизводимости *R* и предела промежуточной прецизионности *Rw* результатов анализа (см. примечания настоящего подраздела), что приведено в таблице 3.

Графическое представление данных приведено в приложении В.

Примечания

1 Два из трех определений были проведены при условиях повторяемости, указанных в ИСО 5725-1, т.е. одним оператором, на одной аппаратуре, при идентичных рабочих условиях, при одной калибровке и в течение минимального периода времени.

2 Третье определение было выполнено в другое время (в другой день) тем же оператором, который выполнял определения , указанные в примечании 1, с использованием той же аппаратуры при новой калибровке.

3 По результатам, полученным в первый день, были рассчитаны по ИСО 5725-2 предел повторяемости (сходимости) *r* и предел воспроизводимости *R*. По первому результату, полученному в первый день, и результату, полученному во второй день, был рассчитан по ИСО 5725-3 внутрилабораторный предел промежуточной прецизионности *Rw*.

9 Протокол испытания

Протокол испытания — по ИСО 13898-1, раздел 9.

Приложение А
(справочное)

Дополнительная информация по международным испытаниям

Данные по повторяемости (сходимости) и воспроизводимости, приведенные в таблице 3, были получены, исходя из результатов международных аналитических испытаний, выполненных на семи образцах стали и одном образце чугуна в 12 странах при участии 26 лабораторий. Графическое представление данных по точности испытаний приведено в приложении В.

Анализируемые образцы представлены в таблице А 1.

Таблица А.1

В процентах

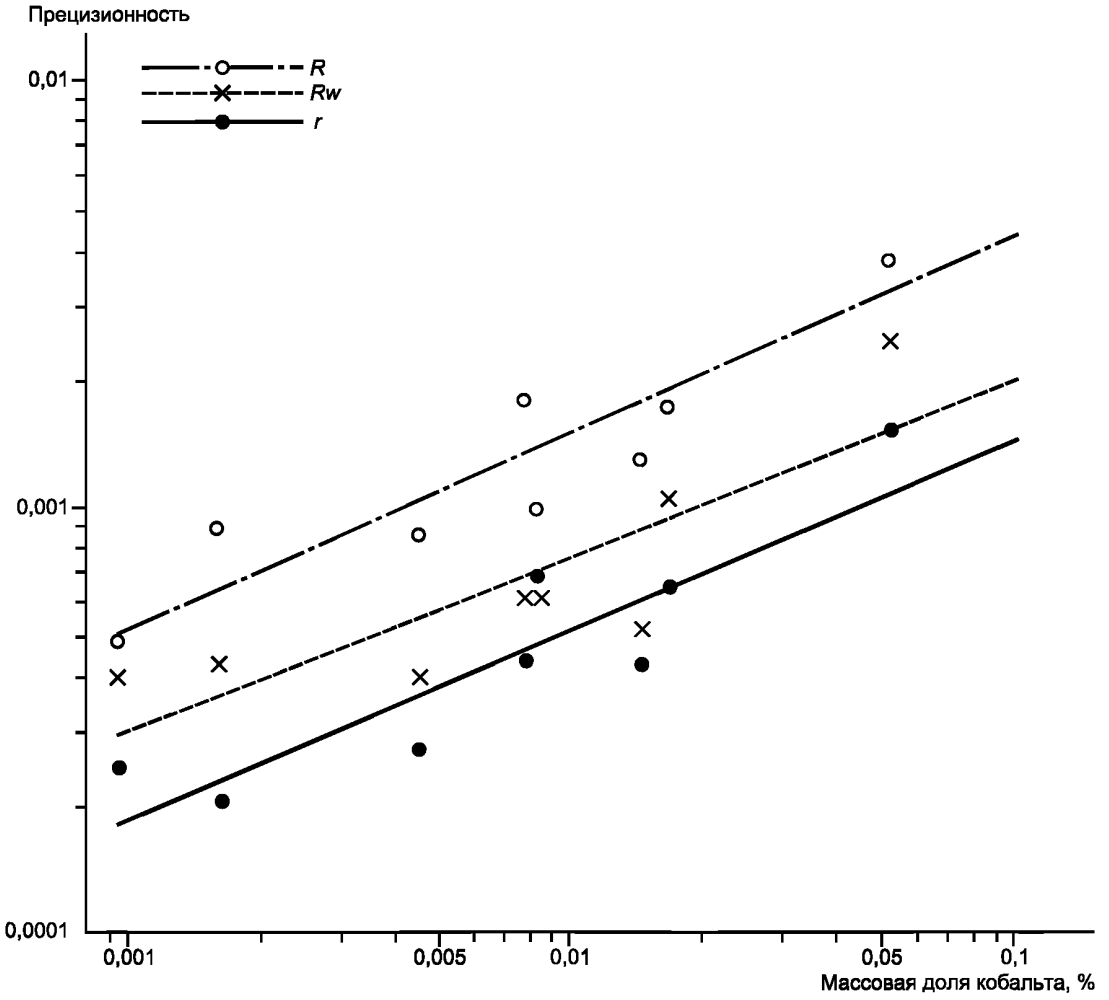
Образец	Массовая доля кобальта			Данные по прецизионности		
	Сертифицировано	Получено		Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R	Предел промежуточной прецизионности Rw
		$\overline{W}^{*}_{Co,1}$	$\overline{W}^{**}_{Co,2}$			
JSS 003-3 Нелегированная сталь	0,0010	0,00097	0,00098	0,00024	0,00048	0,00039
NR 1C Нелегированная сталь	0,0046	0,0047	0,0047	0,00026	0,00084	0,00038
NR 21 Нелегированная сталь	0,008	0,0080	0,0080	0,00043	0,0017	0,00060
NBS 16 f Нелегированная сталь	0,003	0,0036	0,0036	0,00034	0,00087	0,00049
BAS 087-1 Нелегированная сталь	0,015	0,0149	0,0148	0,00042	0,0013	0,00093
BCS 456-1+ Нелегированная сталь	0,052	0,054	0,054	0,0015	0,0036	0,0023
IRSID 081-1 Нелегированная сталь	0,017	0,0175	0,0174	0,00064	0,0017	0,00101
EURO 487-1 Чугун в чушках	0,0088	0,0085	0,0085	0,00066	0,0094	0,00060

* Среднее значение результатов, полученных в течение одного дня.

** Среднее значение результатов с учетом данных различных дней.

Приложение В
(справочное)

Графическое представление данных по прецизионности



$$\lg r = 0{,}4395 \lg \overline{W}_{Co,1} - 2{,}2411;$$

$$\lg R = 0{,}4459 \lg \overline{W}_{Co,1} - 1{,}9538;$$

$$\lg Rw = 0{,}3928 \lg \overline{W}_{Co,2} - 2{,}3409,$$

где $\overline{W}_{Co,1}$ — среднее значение массовой доли кобальта, полученное в течение одного дня, %;

$\overline{W}_{Co,2}$ — среднее значение массовой доли кобальта с учетом данных различных дней, %.

Рисунок В.1 — Логарифмическая зависимость между массовой долей кобальта $\overline{W}_{Co}$ и пределом повторяемости r или пределом воспроизводимости R и пределом промежуточной прецизионности Rw

Приложение С
(справочное)

Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным стандартам

Таблица С.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 5725-1:1994	ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
ИСО 5725-2:1994	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	ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений
ИСО 13898-1:1997	ГОСТ Р ИСО 13898-1—2006 Сталь и чугун. Спектрометрический атомноэмиссионный с индуктивно связанной плазмой метод определения никеля, меди и кобальта. Общие требования
ИСО 14284:1996	*

* 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.

УДК 669.14:620.196.2:006.354 ОКС 77.120 В39 ОКСТУ 0709

Ключевые слова: сталь, чугун нелегированные, метод определения кобальта, индуктивно связанная плазма, спектрометрический атомно-эмиссионный метод

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 31.08.2007. Подписано в печать 13.09.2007. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 201 экз. Зак. 702.

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