ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 13898-3— 2007

Сталь и чугун

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

Часть 3

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ

ISO 13898-3 : 1997
Steel and iron — Determination of nickel, copper and cobalt contents — Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method — Part 3 : Determination of copper content (IDT)

Издание официальное

БЗ 10—2005/197

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. № 145-ст

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

Steel and iron. Determination of nickel, copper and cobalt contents. Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method. Part 3. Determination of copper content

Дата введения — 2008—01—01

1 Область применения

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

Метод применим для определения массовой доли меди в диапазоне 0,001 % — 0,40 %.

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 Стандартные растворы меди

4.1.1 Основной раствор — 0,80 г/ дм^3 меди.

Приготовление стандартного раствора: навеску из металлической меди массой 0,8000 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, плавно нагревают 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 0,80 мг меди.

4.1.2 Стандартный раствор А, соответствующий 0,08 г/дм^3 меди: 20,0 см^3 стандартного раствора меди (4.1.1) переносят в мерную колбу вместимостью 200 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Стандартный раствор А готовят непосредственно перед применением.

1 см^3 стандартного раствора А содержит 0,08 мг меди.

4.1.3 Стандартный раствор В, соответствующий 0,016 г/дм^3 меди: 10,0 см^3 основного раствора меди (4.1.1) переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки водой и перемешивают.

Стандартный раствор В готовят непосредственно перед применением. 1 см^3 стандартного раствора В содержит 0,016 мг меди.

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 меди, проводят по ИСО 13898-1, 7.2.

7.3 Проведение анализа

7.3.1 Приготовление раствора пробы проводят по ИСО 13898-1, 7.3.1.

7.3.2 Приготовление градуировочных растворов

Вносят в шесть химических стаканов вместимостью 200 см^3 каждый по (1,00 ± 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 меди А (4.1.2), объемы которого указаны в таблице 1.

Таблица 1 — Массовая доля меди от 0,001 % до 0,40 %

Объем стандартного раствора меди А, см^3	Концентрация меди в градуировочном растворе, мкг/см^3	Массовая доля меди в анализируемой пробе, %
0[1)]	0	0
10,0	4,00	0,080
15,0	6,00	0,120
20,0	8,00	0,160
30,0	12,00	0,240
50,0	20,00	0,400

[1)] Раствор с нулевой концентрацией определяемого элемента.

Если градуировочный график окажется нелинейным, может быть использована дополнительная градуировочная серия растворов (например из таблиц 2 и 3). Если применяют методику 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.

Таблица 2 — Массовая доля меди менее 0,008 %

Объем стандартного раствора меди В, $см^3$	Концентрация меди в градуировочном растворе, $мкг/см^3$	Массовая доля меди в анализируемой пробе, %
0[1)]	0	0
0,5	0,040	0,0008
1,0	0,080	0,0016
2,0	0,160	0,0032
3,0	0,240	0,0048
5,0	0,400	0,0080
[1)] Раствор с нулевой концентрацией определяемого элемента.		

Таблица 3 — Массовая доля меди от 0,008 % до 0,080 %

Объем стандартного раствора меди В, $см^3$	Концентрация меди в градуировочном растворе, $мкг/см^3$	Массовая доля меди в анализируемой пробе, %
0[1)]	0	0
5,0	0,40	0,008
10,0	0,80	0,016
20,0	1,60	0,032
30,0	2,40	0,048
50,0	4,00	0,080
[1)] Раствор с нулевой концентрацией определяемого элемента.		

7.4 Спектрометрические измерения

7.4.1 Оптимизация прибора

Выполняют операции по ИСО 13898-1, 7.4.1.

7.4.2 Измерение интенсивности излучения

Выполняют операции по ИСО13898-1, 7.4.2.

7.4.3 Подготовка градуировочного графика

Выполняют операции по ИСО 13898-1, 7.4.3.

8 Определение 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 4 или рассчитанных по графику, приведенному в приложении В.

Таблица 4

В процентах

Массовая доля меди	Предел повторяемости (сходимости) *r*	Предел воспроизводимости *R*	Предел промежуточной прецизионности *Rw*
0,001	0,00016	0,00023	0,00024
0,002	0,00023	0,00037	0,00035
0,005	0,00037	0,00070	0,00058
0,010	0,00054	0,0011	0,00084
0,020	0,00077	0,0018	0,0012
0,050	0,0013	0,0034	0,0020
0,100	0,0018	0,0054	0,0029
0,200	0,0026	0,0084	0,0042
0,400	0,0038	0,014	0,0061

8.2 Прецизионность

Плановые испытания настоящего метода проводились в 26 лабораториях 12 стран. Анализировались 11 образцов с содержанием меди в указанном диапазоне. В каждой лаборатории выполнялись по три определения в каждом образце (см. примечания 1 и 2 настоящего подраздела). Использованные образцы приведены в таблице А.1 (приложение А).

Полученные результаты обрабатывались статистически в соответствии с ИСО 5725-1, ИСО 5725-2, ИСО 5725-3 с использованием данных анализа указанных образцов, содержащих 11 уровней содержания меди в пределах рабочего диапазона.

Полученные данные показали наличие логарифмической зависимости между массовой долей меди и пределом повторяемости (сходимости) *r* результатов анализа, а также показателями предела воспроизводимости *R* и предела промежуточной прецизионности *Rw* (см. примечание 3 настоящего подраздела), что приведено в таблице 4. Дополнительная информация по международным испытаниям приведена в приложении А.

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 4, были получены, исходя из результатов международных аналитических испытаний, выполненных на девяти образцах стали и одном образце чугуна при участии 26 лабораторий.

Анализируемые образцы представлены в таблице А.1.

Таблица А.1

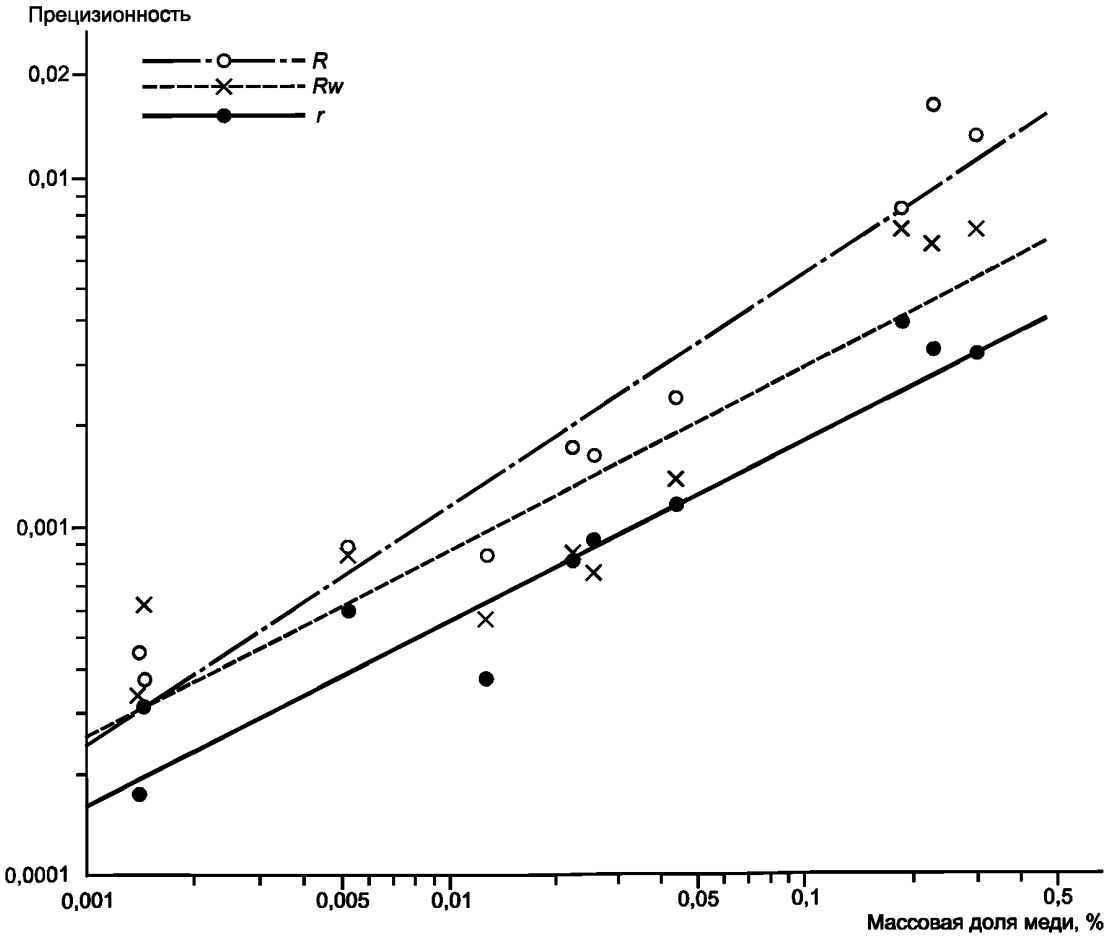
В процентах

Образец	Массовая доля меди			Данные по прецизионности		
	Сертифицировано	Получено		Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R	Предел промежуточной прецизионности Rw
		$\overline{W}^{*}_{Cu,1}$	$\overline{W}^{**}_{Cu,2}$			
JSS 003-3 Нелегированная сталь	0,0014	0,00141	0,00139	0,00017	0,00043	0,00033
NR 1C Нелегированная сталь	0,0014	0,00145	0,00142	0,00030	0,00036	0,00059
NR 21 Нелегированная сталь	0,045	0,0426	0,0426	0,0012	0,0023	0,0014
NBS 15 h Нелегированная сталь	0,013	0,0126	0,0126	0,00037	0,00082	0,00055
NBS 16 f Нелегированная сталь	0,006	0,0051	0,0051	0,00057	0,00087	0,00084
BAS 087-1 Нелегированная сталь	0,171	0,172	0,172	0,0036	0,0080	0,0071
BCS 452 Нелегированная сталь	0,22	0,217	0,217	0,0033	0,0160	0,0063
IRSID 081-1 Нелегированная сталь	0,026	0,0254	0,0255	0,00091	0,0016	0,00073
IRSID 010-1 Нелегированная сталь	0,279	0,281	0,281	0,0032	0,0130	0,00070
EURO 487-1 Чугун в чушках	0,0216	0,0221	0,0221	0,00080	0,0017	0,00083

* Среднее значение результатов, полученных в течение одного дня.
** Среднее значение результатов с учетом данных различных дней.

Приложение В
(справочное)

Графическое представление данных по прецизионности



$\lg r = 0{,}5309 \lg \overline{W}_{Cu,1} - 2{,}2094;$

$\lg R = 0{,}6816 \lg \overline{W}_{Cu,1} - 1{,}5888;$

$\lg Rw = 0{,}5374 \lg \overline{W}_{Cu,2} - 2{,}0003,$

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

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

Рисунок В.1 — Логарифмическая зависимость между массовой долей меди $\overline{W}_{Cu}$ 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 атомно-эмиссионный 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, метод определения меди, индуктивно связанная плазма, спектрометрический атомно-эмиссионный метод

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н.Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 31.08.2007. Подписано в печать 14.09.2007. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,85. Тираж 201 экз. Зак. 708.

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