
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

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

© Стандартиформ, 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 |

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.

4.1 Стандартный раствор кобальта

4.1.1 Основной раствор — 1,0 г/дм³ 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 см³. Добавляют 50 см³ 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 см³, после чего доводят до метки водой и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора содержит 1,0 мг кобальта.

4.1.2 Стандартный раствор, соответствующий 0,020 г/дм³ кобальта.

10,0 см³ стандартного раствора кобальта (4.1.1) переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Стандартный раствор готовят непосредственно перед применением.

1 см³ 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 см³ каждый по (1,000 ± 0,001) г чистого железа (ИСО 13898-1, 4.1), добавляют в каждый из них 10 см³ азотной кислоты (ИСО 13898-1, 4.3), накрывают часовым стеклом и медленно нагревают до прекращения бурного выделения паров. Добавляют 10 см³ 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 см³ 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.

Т а б л и ц а 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).

Т а б л и ц а 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 см³ раствора внутреннего стандарта со скандием (ИСО 13898-1, 4.4) или 10 см³ 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.

Т а б л и ц а 3

В процентах

| Массовая доля кобальта | Предел повторяемости (сходимости) r | Предел воспроизводимости R | Предел промежуточной прецизионности R_w |
|------------------------|---------------------------------------|------------------------------|---|
| 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 | 0,00098 |
| 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).

ГОСТ Р ИСО 13898-4—2007

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 R_w результатов анализа (см. примечания настоящего подраздела), что приведено в таблице 3.

Графическое представление данных приведено в приложении В.

П р и м е ч а н и я

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 внутрिलाбораторный предел промежуточной прецизионности R_w .

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.

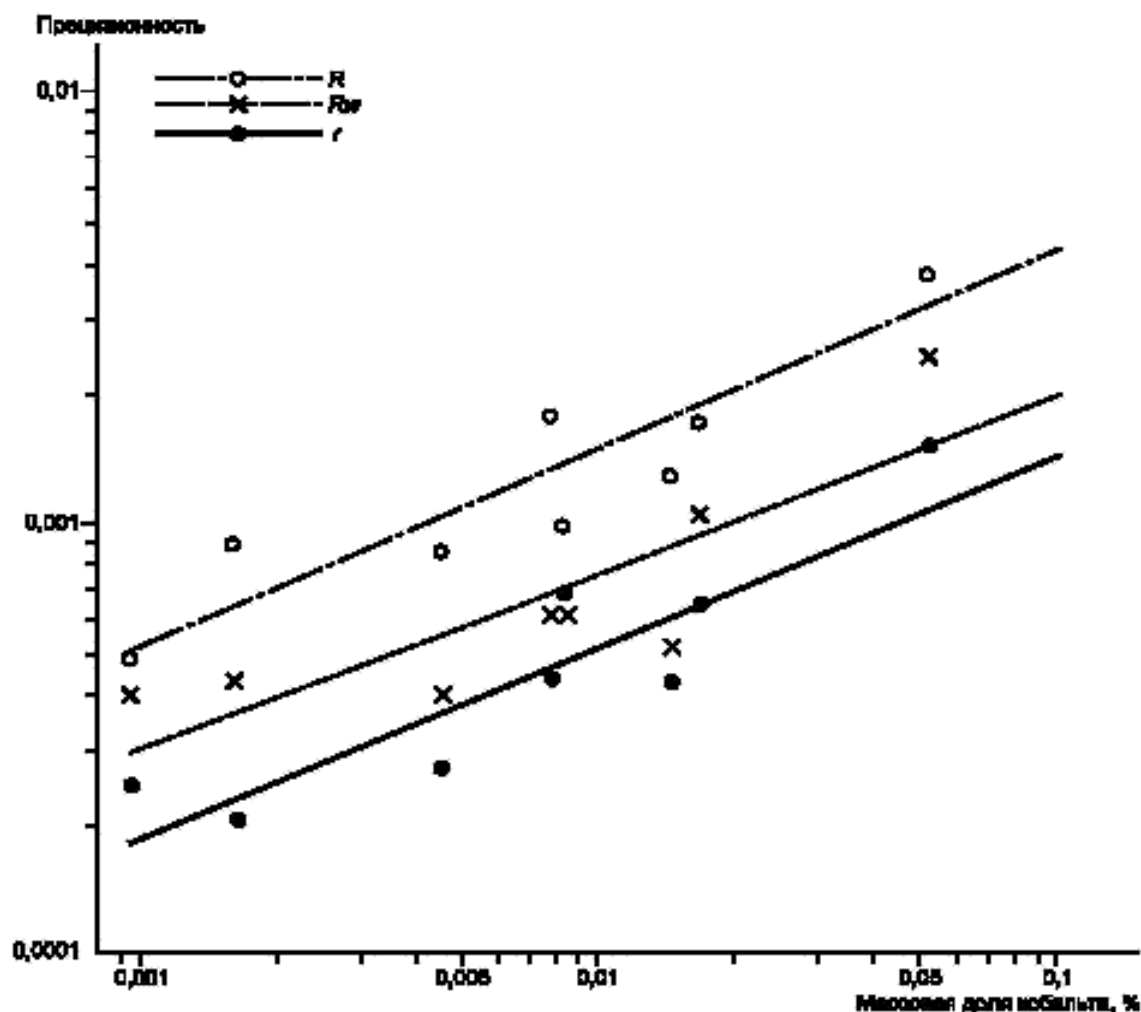
Т а б л и ц а А.1

В процентах

| Образец | Массовая доля кобальта | | | Данные по прецизионности | | |
|---|------------------------|--------------------|-----------------------|--------------------------|------------------------------|---|
| | Сертифицировано | Получено | | Предел повторяемости r | Предел воспроизводимости R | Предел промежуточной прецизионности R_w |
| | | $\bar{W}_{Co,1}^*$ | $\bar{W}_{Co,2}^{**}$ | | | |
| 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 |
| <p>* Среднее значение результатов, полученных в течение одного дня. ** Среднее значение результатов с учетом данных различных дней.</p> | | | | | | |

Приложение В
(справочное)

Графическое представление данных по прецизионности



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

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

$$\lg R_w = 0,3928 \lg \bar{W}_{\text{Co},2} - 2,3409,$$

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

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

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

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. | |

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 $\frac{1}{8}$. 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.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.