

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
ИСО 14435—  
2017

---

## **МАТЕРИАЛЫ УГЛЕРОДНЫЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЯ**

**Нефтяной кокс. Определение содержания  
примесей металлов методом атомной  
эмиссионной спектроскопии с индуктивно  
связанной плазмой**

(ISO 14435:2005, IDT)

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2019

## Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Уральский электродный институт» (ОАО «Уралэлектродин») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 109 «Электродная продукция»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 августа 2017 г. № 927-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 14435:2005 «Материалы углеродные для производства алюминия. Нефтяной кокс. Определение содержания примесей металлов методом атомной эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой» (ISO 14435:2005 «Carbonaceous materials for the production of aluminium — Petroleum coke — Determination of trace metals by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry», IDT).

Международный стандарт ИСО 14435 подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 226 «Материалы для производства первичного алюминия».

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». 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 ([www.gost.ru](http://www.gost.ru))*

© ISO, 2005 — Все права сохраняются  
© Стандартинформ, оформление, 2017, 2019

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 . . . . .	2
3 Термины и определения . . . . .	2
4 Сущность метода . . . . .	2
5 Помехи . . . . .	2
6 Аппаратура . . . . .	3
7 Реактивы . . . . .	3
8 Подготовка пробы . . . . .	4
9 Подготовка оборудования . . . . .	5
10 Проведение анализа . . . . .	5
11 Расчет . . . . .	6
12 Протокол испытаний . . . . .	7
13 Прецизионность и смещение для анализа высушенной пробы . . . . .	7
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам . . . . .	8
Библиография . . . . .	9

## Введение

Присутствие и концентрация примесей различных металлических элементов в нефтяном коксе являются основными факторами в определении пригодности кокса для различных конечных целей.

Пользователям нефтяного кокса требуется стандартный метод определения концентраций этих элементов в пробе кокса. В настоящем стандарте описан такой метод.

Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 14435 и основан на методе ASTM Д 5600-98, опубликованном под юрисдикцией Комитета ASTM Д2 «Нефтепродукты и смазочные материалы» и Подкомитета Д 02.05.01 «Отбор проб и методы испытания нефтяного кокса».

Информация о повторяемости и воспроизводимости основана на межлабораторном эксперименте и приведена в отчете Research Report D 02-1007, который можно получить в офисе ASTM.

## НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

## МАТЕРИАЛЫ УГЛЕРОДНЫЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЯ

## Нефтяной кокс. Определение содержания примесей металлов методом атомной эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой

Carbonaceous materials for the production of aluminium.

Petroleum coke. Determination of trace metals by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

Дата введения — 2018—08—01

**Предупреждение** — В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех мер безопасности, связанных с его применением. Пользователи настоящего стандарта до начала его использования должны установить требования безопасности и охраны здоровья, предусмотренные соответствующими нормативными документами и утвержденные в установленном порядке.

## 1 Область применения

Настоящий стандарт применяется к углеродным материалам, используемым в производстве алюминия, и устанавливает метод определения примесей металлов в пробах сырого и прокаленного нефтяного кокса методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой.

Метод может быть применен к другим термически обработанным углеродным материалам, таким как кокс каменноугольный и пековый, антрацит.

Элементы, к которым применяется данный метод испытания, приведены в таблице 1. Пределы обнаружения, чувствительность и оптимальные диапазоны концентраций металлов зависят от матриц проб и модели спектрометра.

Настоящий метод испытания применяется только к пробам, содержащим менее 1 % золы по массе.

Элементы, присутствующие в концентрации, выходящей за верхнюю границу рабочего диапазона, можно определить после соответствующего разбавления пробы.

Таблица 1 — Определяемые элементы и рекомендуемые длины волн

Элемент	Длина волны, нм <sup>a,b</sup>	Диапазон концентраций, мкг/г <sup>c</sup>
Алюминий	237, 313 256, 799 308, 215 396, 152	От 15 до 110
Барий	455, 403 493, 410	От 1 до 65
Кальций	317, 933 393, 367 396, 847	От 10 до 140
Железо	259, 940	От 40 до 700
Магний	279, 079 279, 553	От 5 до 50
Марганец	257, 610 294, 920	От 1 до 7
Никель	231, 604 341, 476 352, 454	От 3 до 220
Кремний	212, 412 251, 611 288, 159	От 60 до 290
Натрий	588, 995 589, 592	От 30 до 160

Окончание таблицы 1

Элемент	Длина волны, нм <sup>a,b</sup>	Диапазон концентраций, мкг/г <sup>c</sup>
Титан	334, 941 337, 280	От 1 до 7
Ванадий	292, 402	От 2 до 480
Цинк	202, 548 206, 200 213, 856	От 1 до 20

<sup>a</sup> Перечисленные длины волн были использованы в межлабораторном эксперименте ввиду их чувствительности. Можно использовать другие длины волн, если они могут обеспечить требуемую чувствительность и могут быть обработаны с помощью таких же методов введения поправок для спектральных помех (см. раздел 5). Со временем по мере требований и накопления информации могут быть добавлены другие элементы.

<sup>b</sup> Альтернативные длины волн можно найти в ссылках, таких как Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy, Winge, R.K., Fassel, V.A., Peterson, V.J., and Floyd, M.A., Elsevier, 1985.

<sup>c</sup> На основе данного межлабораторного эксперимента. Данный метод можно применять к другим элементам или диапазонам концентраций, но данных по прецизионности в этом случае не имеется.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяется только указанное издание. Для недатированных — последнее издание (включая все изменения).

ISO 6375, Carbonaceous materials used in the production of aluminium — Cokes pour electrodes — Sampling (Материалы углеродные для производства алюминия. Кокс для электродов. Отбор проб)

ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытания)

ISO 3310-1, Test sieves; technical requirements and testing; Part 1: Test sieves of metal wire cloth (Сита лабораторные. Технические требования и испытания. Часть 1. Лабораторные сита из проволоочной ткани)

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

**3.1 кокс нефтяной** (petroleum coke): Твердый, богатый углеродом остаток глубоких превращений тяжелых нефтяных фракций углеводородов при термической деструкции.

**3.2 кокс каменноугольный пековый** (coal-tar pitch coke): Твердый, богатый углеродом остаток, полученный путем коксования каменноугольного пека.

**3.3 объединенная проба** (gross sample): Исходная недробленая репрезентативная часть поставки или партии кокса.

## 4 Сущность метода

Испытуемую пробу озоляют при температуре 700 °С.

Золу плавят с боратом лития, расплав растворяют в разбавленной азотной кислоте (HNO<sub>3</sub>) и полученный раствор анализируют методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой, используя одновременное или последовательное мультиэлементное определение элементов. Раствор вводят в спектрометр свободным распылением или с помощью перистальтического насоса (дополнительное оборудование).

Концентрации примесей металлов рассчитывают путем сопоставления интенсивности эмиссии из пробы с интенсивностью эмиссии стандартов, используемых для градуировки.

## 5 Помехи

В отношении спектральных помех и применения поправочных коэффициентов для их компенсации следуют руководству по эксплуатации изготовителя прибора. Для применения поправок на помехи все концентрации должны попадать в предварительно установленный для каждого элемента диапазон линейного отклика.

П р и м е ч а н и е — Спектральные помехи возникают за счет:

- a) наложения спектральной линии другого элемента;
- b) неразрешенного наложения спектров молекулярных полос;
- c) вклада фона из-за явлений непрерывности и рекомбинации;
- d) рассеянного светового излучения от линии испускания элементов высокой концентрации.

Наложение спектров можно компенсировать введением поправки компьютером в необработанные данные после мониторинга и измерения мешающего элемента. Неразрешенное наложение линий требует выбора альтернативной длины волны. Компенсацию фона и рассеянного излучения обычно выполняют введением поправки на фон вблизи линии аналита.

Физические помехи представляют собой эффекты, связанные с процессом распыления и переноса пробы. Изменения вязкости и поверхностного натяжения могут привести к значительным неточностям, особенно в пробах, содержащих большое количество растворенных твердых веществ или кислоты в высокой концентрации. Если присутствуют физические помехи, их необходимо уменьшить разбавлением пробы, путем применения перистальтического насоса или за счет метода добавления (внутренних) стандартов. Другой проблемой, которая может возникнуть с большими количествами растворенных твердых веществ, является образование солей на кончике распылителя, которые могут повлиять на скорость потока аэрозоля и привести к дрейфу прибора. Эту проблему можно контролировать путем обработки аргоном перед распылением, или используя кольцевую прокладку на кончике распылителя, или путем разбавления пробы.

## 6 Аппаратура

6.1 Весы с загрузкой сверху, с автоматическим тарированием, с диапазоном взвешивания до 150 г, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,0001 г.

6.2 Керамическая подставка для охлаждения; пластины в эксикаторе считаются эффективными для этой цели.

6.3 Подставка для тигля — треугольники из нихромовой проволоки.

6.4 Печи электрические, поддерживающие температуру  $(700 \pm 10)^\circ\text{C}$  и  $(1000 \pm 10)^\circ\text{C}$  и обеспечивающие обмен газообразных продуктов сгорания и воздуха.

6.5 Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой допускается применять последовательно или одновременно определяющий спектрометр, оснащенный кварцевым резонатором и генератором радиочастоты для образования и поддержания плазмы.

6.6 Магнитные мешалки с политетрафторэтиленовым покрытием, длиной приблизительно 12 мм.

6.7 Нагревательная плитка с магнитной мешалкой.

6.8 Горелка с принудительной воздушной тягой типа горелки Мекера.

6.9 Распылитель; рекомендуется распылитель веществ с высоким содержанием твердой фазы.

6.10 Перистальтический насос.

6.11 Платиновая чашка вместимостью от 50 до 58 мл, рекомендуемый тип Pt II (Pt содержит до 5 % по массе золота Au).

6.12 Платиновая чашка вместимостью от 100 до 200 мл, рекомендуемый тип Pt II.

6.13 Щипцы с платиновыми наконечниками.

6.14 Кольцевой штатив, с подставкой для тигля.

6.15 Сита с размером ячеек 0,250 мм и 0,075 мм по ИСО 3310-1.

6.16 Лабораторная мельница с рабочими элементами из карбида вольфрама.

6.17 Аппарат вакуумного фильтрования.

6.18 Фильтровальная бумага, размером подходящая для вакуумного аппарата, мелкопористая, пропускающая раствор на медленной скорости, удерживающая частицы размером 2,5 мкм.

6.19 Ультразвуковая ванна.

## 7 Реактивы

В процессе анализа, если нет иных указаний, используют реактивы аналитической чистоты и дистиллированную или деминерализованную воду или воду аналогичной чистоты.

7.1 Вода, соответствующая второму классу по ИСО 3696—1987.

7.2 Газ — аргон, используемый для сварки.

7.3 Метаборат лития ( $\text{LiB}_2\text{O}_4$ ), химической чистоты, порошок, или тетраборат лития ( $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ), химической чистоты, порошок.

Рекомендуется применять смесь, содержащую 66 % метабората лития и 34 % тетрабората лития; имеющийся в продаже продукт известен как Spectromelt A12<sup>1)</sup>.

7.4 Азотная кислота  $\text{HNO}_3$  химически чистая, с содержанием основного компонента 65 % по массе.

7.5 Раствор № 1 азотной кислоты, приготовленный разбавлением 400 мл концентрированной  $\text{HNO}_3$  (65 % по массе) до 2000 мл водой.

**Примечание** — Массовая доля концентрированной азотной кислоты  $\text{HNO}_3$  составляет 65 %. Разбавление 400 мл  $\text{HNO}_3$  (65 % по массе) до 2000 мл водой дает массовую долю 13 %  $\text{HNO}_3$  плотностью 1,072. В результате получается массовая доля 12,1 %.

7.6 Раствор № 2, приготовленный добавлением раствора пробы и раствора стандартного качества. Берут навеску ( $20 \pm 0,1$ ) г бората лития в платиновую чашку вместимостью от 100 до 200 мл, помещают в печь при температуре 1000 °С на 5 мин, чтобы расплавить до жидкого состояния, извлекают из печи и охлаждают. Помещают охлажденную платиновую чашку, содержащую расплавленный перекристаллизованный борат лития, и магнитную мешалку (6.6) в стеклянный стакан вместимостью 2 л. Добавляют 1000 мл раствора № 1, осторожно нагревают и перемешивают раствор на нагревательной плитке магнитного смесителя (6.7), пока борат лития полностью не растворится. После растворения извлекают платиновую чашку с помощью стеклянной палочки.

Смывают стенки чашки и палочку водой в раствор бората лития. Быстро переносят теплый раствор количественно в мерную колбу вместимостью 2 л. Разбавляют до 1800 мл водой, чтобы избежать кристаллизации. Перемешивают раствор и охлаждают до комнатной температуры. Доводят до объема водой, тщательно перемешивают и фильтруют под вакуумом весь раствор через фильтровальную бумагу.

В 50 мл раствора № 2 содержится 0,5 г бората лития и 25 мл раствора № 1.

7.7 Исходные стандартные растворы: используют сертифицированные готовые одно- или мультиэлементные исходные стандартные растворы в азотной кислоте концентрацией 1000 мкг/мл для каждого элемента.

**ВНИМАНИЕ** — Чтобы свести к минимуму потенциальное загрязнение, платиновую посуду готовят кипячением в разбавленной  $\text{HNO}_3$  [5 %  $\text{HNO}_3$  (по объему) плюс 95 % воды (по объему)] и тщательно промывают водой. После такой первоначальной очистки платиновые чашки берут чистыми щипцами с платиновыми наконечниками и защищают от всех возможных источников загрязнения. Аналогично моют кислотой всю стеклянную посуду, используемую в анализе.

## 8 Подготовка пробы

Отбирают пробу нефтяного кокса в соответствии с ИСО 6375.

8.1 Дробят и делят пробу, чтобы получить лабораторную пробу для анализа. Измельчают до частиц, которые проходят через сито с размером ячеек 0,250 мм.

8.2 На мельнице с рабочими элементами из карбида вольфрама измельчают примерно 30 г представительной части пробы, прошедшей через сито 0,250 мм, и пропускают через сито 0,075 мм. Эту пробу сушат до постоянной массы при температуре от 110 °С до 115 °С и хранят в эксикаторе, пока она не охладится и не потребуется для анализа. Процедуру сушки можно пропустить, если требуется небольшая прецизионность. Рекомендуется сушка до постоянной массы. В протоколе необходимо указать, была проба просушена или нет.

Необходимо следить, чтобы при подготовке проб для анализа, прошедших через сито 0,075 мм из подрешетного продукта сита 0,250 мм, не произошло загрязнения пробы (потери или увеличения содержания металлов).

<sup>1)</sup> Spectromelt A12 является примером подходящей продукции, имеющейся в продаже. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не предполагает одобрения этого продукта со стороны ИСО.



## 9 Подготовка оборудования

### 9.1 Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой

Следуют инструкциям изготовителя по эксплуатации атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой.

### 9.2 Перистальтический насос

При использовании перистальтического насоса в начале каждого дня работы контролируют трубки насоса и заменяют по мере необходимости. Проверяют скорость забора раствора и регулируют до нужного значения.

### 9.3 Источник возбуждения индуктивно связанной плазмы

Включают источник плазмы как минимум за 30 мин до начала анализа. Рекомендуется включать источник плазмы за 60 мин до начала анализа. Некоторые изготовители прибора рекомендуют даже большие сроки для разогрева прибора.

### 9.4 Профиль длины волны

Профилируют длину волны, что требуется для нормальной работы прибора.

### 9.5 Рабочие параметры

Задают соответствующие рабочие параметры в файле задач прибора для определения необходимых элементов: элемент, длина волны, точки поправки на фон (не обязательно), поправочные коэффициенты на межэлементное воздействие (не обязательно), время интегрирования и поправка на внутренний стандарт (не обязательно).

### 9.6 Чувствительность, градуировка и диапазоны концентраций

Каждый аналитик должен определить чувствительность и линейный диапазон градуировки своего прибора и выбрать диапазоны концентраций для стандартов, сопоставимые с пробами и спектрометром, на котором он работает. Может потребоваться разбавление пробы для определения некоторых элементов (см. 10.6).

### 9.7 Диапазон линейного отклика

Диапазон линейного отклика необходимо установить для каждого используемого конкретного прибора. Это сопровождается введением промежуточных стандартных растворов между холостым и градуировочным стандартными растворами и введением стандартных растворов, содержащих более высокие концентрации, чем градуировочный стандартный раствор в пределах диапазона линейного отклика.

## 10 Проведение анализа

10.1 Берут навеску 5 г с точностью до 0,1 мг просушенной или непросушенной пробы нефтяного кокса для анализа, приготовленной в соответствии с разделом 8, в платиновую чашку с этикеткой вместимостью от 50 до 58 мл.

10.2 Помещают платиновую чашку в холодную муфельную печь и нагревают до температуры  $(700 \pm 10) ^\circ\text{C}$ , пока весь углеродный материал не прогорит. Переносят платиновую чашку в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры. Записывают массу платиновой чашки, чтобы определить общую массу золы в пробе.

Примечание — Если общая масса золы в пробе превышает 50 мг, процедура озоления неприменима (массовая доля золы в пробе более 1 %, см. раздел 1). Причиной этого является невозможность растворить более 50 мг золы в 500 мг расплава и поместить более 500 мг расплава в мерную колбу емкостью 100 мл.

10.3 Переводят золу в раствор, используя один из следующих методов:

а) Взвешивают на аналитических весах (6.1)  $(0,5 \pm 0,005)$  г порошка бората лития. Равномерно рассыпают борат лития поверх золы. Используют щипцы, чтобы поставить платиновую чашку в му-

фельную печь при температуре  $(1000 \pm 10)^\circ\text{C}$  на 1—2 мин. С помощью щипцов с платиновыми наконечниками осторожно помешивают чашку круговыми движениями, чтобы растворить золу в расплаве. Продолжают нагревание в печи в течение следующих 2—3 мин, пока не получится прозрачный, чистый расплав в платиновой чашке.

Если получился непрозрачный расплав, это может указывать на недостаточное плавление и на то, что часть золы осталась нерастворенной на этапе растворения. Требуется полное растворение золы.

Полное время нагревания должно составить четыре минуты. Если расплав нагревать дольше, могут произойти потери натрия, если меньше, то часть золы может остаться нерастворенной.

б) Если не имеется печи, поддерживающей температуру  $(1000 \pm 10)^\circ\text{C}$ , плавление можно выполнить с помощью горелки Мекера следующим образом. Помещают платиновую чашку на подставку для тигля, положенную на кольцо штатива, расположенное над горелкой, и регулируют газовое пламя с принудительной воздушной тягой (поддувом) так, чтобы борат лития плавился в течение 30 с.

С помощью щипцов с платиновыми наконечниками осторожно перемешивают содержимое чашки круговыми движениями, чтобы растворить золу. Продолжают нагревание над горелкой в течение 2—3 мин или пока расплав не станет прозрачным.

10.4 Дают расплаву остыть в течение 5—10 мин. на керамической подставке для охлаждения, добавляют 25 мл раствора № 1 и быстро помещают в ультразвуковую ванну до тех пор, пока расплав полностью не растворится. Чтобы избежать выпадения в осадок гидратированного кремнезема, держат раствор при температуре менее  $50^\circ\text{C}$ . Если некоторые компоненты золы (например, водный диоксид кремния) выпадут в осадок, анализ повторяют.

10.5 Извлекают чашку из ультразвуковой ванны, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 мл, споласкивают чашку водой в ту же колбу, доводят до объема водой и тщательно перемешивают.

10.6 Проводят требуемое разведение раствора № 2, разбавляя водой в пропорции 1:1.

10.7 Готовят калибровочный стандартный раствор, используя 50 мл раствора № 2 на 100 мл плюс необходимый объем исходных стандартных растворов. Разбавляют водой.

Примечание — Растворы стандартов и пробы для анализа желательно иметь подобного состава, чтобы минимизировать погрешности за счет влияния матриц.

10.8 Калибруют атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой, используя градуировочный стандартный раствор, приготовленный по 10.7 в соответствии с рекомендациями изготовителя.

10.9 Определяют концентрацию каждого металла в анализируемом растворе.

## 11 Расчет

Рассчитывают массовую долю каждого металла в пробе, выраженную в мг/кг (или в процентах, если умножить на 10000):

$$w_i = \frac{\rho_i \cdot V}{m} \cdot \frac{V_f}{V_0}, \quad (1)$$

где  $w_i$  — массовая доля искомого металла, мг/кг;

$\rho_i$  — концентрация металла в анализируемом растворе, мг/л;

$V$  — объем раствора пробы, мл;

$m$  — масса пробы, г;

$\frac{V_f}{V_0}$  — коэффициент разбавления (при использовании разбавленного анализируемого раствора, чтобы довести концентрации металлов до диапазона концентраций стандартных растворов);

$V_f$  — конечный объем разбавленного раствора пробы, мл;

$V_0$  — начальный объем раствора пробы, мл.

## 12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

- а) детали, необходимые для идентификации анализируемого материала;
- б) ссылку на настоящий стандарт;
- в) вид использованной пробы (предварительно высушенная или не высушенная);
- г) массовую долю каждого элемента, выраженную в мг/кг или в процентах по массе (1000 мг/кг = 0,1 %);
- д) все необычные явления, наблюдаемые в процессе анализа;
- е) дату выполнения анализа.

## 13 Прецизионность и смещение для анализа высушенной пробы

Прецизионность данного метода определена согласно ASTM E 691.

Повторяемость и воспроизводимость приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Повторяемость и воспроизводимость

Элемент	Повторяемость	Воспроизводимость
Алюминий	$0,32 w_{\text{Al}}^{2/3}$	$0,92 w_{\text{Al}}^{2/3}$
Барий	$0,19 w_{\text{B}}^{2/3}$	$0,71 w_{\text{B}}^{2/3}$
Кальций	7,2	20,8
Железо	$1,66 w_{\text{Fe}}^{1/2}$	$3,77 w_{\text{Fe}}^{1/2}$
Магний	$0,21 w_{\text{Mg}}^{2/3}$	$0,61 w_{\text{Mg}}^{2/3}$
Марганец	$0,042(w_{\text{Mn}} + 2,55)$	$0,34(w_{\text{Mn}} + 2,55)$
Никель	$0,52 w_{\text{Ni}}^{2/3}$	$0,96 w_{\text{Ni}}^{2/3}$
Кремний	$0,71(w_{\text{Si}} + 4,80)$	$0,20(w_{\text{Si}} + 4,80)$
Натрий	$1,04 w_{\text{Na}}^{1/2}$	$3,52 w_{\text{Na}}^{1/2}$
Титан	0,75	1,16
Ванадий	$0,20 w_{\text{V}}^{3/4}$	$0,35 w_{\text{V}}^{3/4}$
Цинк	$1,07 w_{\text{Zn}}^{1/3}$	$2,20 w_{\text{Zn}}^{1/3}$
Примечание — $w_{\text{Al}}^{2/3} w_{\text{B}}^{2/3} \dots$ — среднее значение двух результатов, мг/кг.		

**Приложение ДА**  
**(справочное)**

**Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов  
национальным стандартам**

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ISO 6375	IDT	ГОСТ Р ИСО 6375—2015 «Материалы углеродные для производства алюминия. Кокс для электродов. Отбор проб»
ISO 3696:1987	MOD	ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия»
ISO 3310-1	MOD	ГОСТ Р 51568—99 (ИСО 3310-1—90) «Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия»
<p>Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- IDT — идентичные стандарты;</li> <li>- MOD — модифицированные стандарты.</li> </ul>		

**Библиография**

- [1] Research report D02—1007, published by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States
- [2] Winge, R.K., Fassel, V.A., Peterson, V.J. and Floyd, M.A. Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy, Elsevier, 1985
- [3] ASTM D 5600-98     Standard Test Method for Trace Metals in Petroleum Coke by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES) [Стандартный метод определения примесей металлов в нефтяном коксе методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (ICP-AES)]
- [4] ASTM E 691-99     Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method (Стандартная практика проведения межлабораторного эксперимента по определению прецизионности метода испытания)

Ключевые слова: материалы углеродные, производство алюминия, нефтяной кокс, примеси металлов, метод атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой

---

Редактор *Г.Н. Симонова*  
Технический редактор *И.Е. Черепкова*  
Корректор *Л.С. Лысенко*  
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 08.04.2019. Подписано в печать 25.04.2019. Формат 60×84%. Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,49.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

---

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»  
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)