

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

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 диантитирилметана» (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 ВВЕДЕНИЕ

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 |

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:

ISO 377-2:1989¹⁾ 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)

ISO 385-1:1984²⁾ Посуда лабораторная. Бюrettes. Часть 1. Общие требования (ISO 385-1:1984, Laboratory glassware — Burettes — Part 1: General requirements)

ISO 648:1977³⁾ Посуда лабораторная. Пипетки с одной меткой (ISO 648:1977, Laboratory glassware — One-mark pipettes)

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

ISO 5725:1986⁴⁾ 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 ISO 14284:1996 «Сталь и чугун. Отбор и приготовление образцов для определения химического состава».

²⁾ Действует ISO 385:2005 «Посуда лабораторная стеклянная. Бюrettes».

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

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

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

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

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

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

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

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-диантитирилметаном.

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/см³.

4.5 Азотная кислота, плотностью 1,40 г/см³.

4.6 Фтористоводородная кислота, плотностью 1,15 г/см³.

4.7 Хлористоводородная кислота, плотностью 1,19 г/см³, разбавленная 1:1.

4.8 Хлористоводородная кислота, плотностью 1,19 г/см³, разбавленная 1:3.

4.9 Серная кислота, плотностью 1,84 г/см³, разбавленная 1:1.

4.10 Винная кислота, раствор, плотностью 100 г/дм³.

4.11 Аскорбиновая кислота, раствор, плотностью 100 г/дм³.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

4.12 Щавелевокислый аммоний, раствор

Растворяют 6 г моногидрата щавелевокислого аммония $[(\text{COONH}_4)_2\text{H}_2\text{O}]$ в воде и разбавляют до 200 см³.

4.13 Железо, раствор, 12,5 г/дм³

Растворяют 1,25 г железа (4.1) в 10 см³ хлористоводородной кислоты (4.7) при осторожном нагревании, добавляют 5 см³ азотной кислоты (4.5) и кипятят до тех пор, пока объем раствора не уменьшится приблизительно до 10 см³. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ 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 реагентов, 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 см³.

4.15 Раствор диантитирилметана

Растворяют 4 г моногидрата — 4,4' метилен-бис (2,3-диметил-1-фенил-5-пиразолон), $\text{C}_{23}\text{H}_{24}\text{O}_2\text{N}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, (диантитирилметана) в 20 см³ хлористоводородной кислоты (4.7) и разбавляют водой до 100 см³.

4.16 Стандартный раствор титана

4.16.1 Основной раствор, содержащий 1 г/дм³ 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 см³. Добавляют 180 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³, 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 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

В 1 см³ этого раствора содержится 1,0 мг титана.

4.16.2 Стандартный раствор, содержащий 50 мг Ti/дм³, готовят следующим образом. 10,0 см³ основного раствора титана (4.16.1) помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

1 см³ этого раствора содержит 50 мкг титана.

П р и м е ч а н и е — 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 см³.

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 $\pm 0,003$ 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 реагентов и ту же кювету для измерения оптической плотности, применив 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 см³, добавляют 20 см³ хлористоводородной кислоты (4.4), закрывают стакан часовым стеклом и растворяют при температуре от 70 °С до 90 °С до прекращения растворения. Добавляют 5 см³ азотной кислоты (4.5) и выпаривают до тех пор, пока объем раствора не достигнет примерно 10 см³.

Раствор охлаждают, добавляют 20 см³ серной кислоты (4.9) и выпаривают до появления белых паров триоксида серы (SO₃). Непосредственно перед появлением паров (SO₃) начинается образование твердых частиц солей, что может привести к выбросу раствора из стакана, поэтому нагревать это следует осторожно. После появления паров SO₃ 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 см³ 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 см³ 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 удаляются, далее выдерживают при температуре примерно 700 °С в течение примерно 15 мин. Охлаждают, добавляют несколько капель серной кислоты (4.9) и 2 см³ фтористоводородной кислоты (4.6), выпаривают до сухого остатка и прокаливают при температуре 700 °С.

П р и м е ч а н и е — 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 см³ раствора винной кислоты (4.10) и добавляют к основному фильтрату. Переносят все в мерную колбу вместимостью 100 см³ или 200 см³ в соответствии с таблицей 1, разбавляют водой до метки и перемешивают.

7.3.3 Развитие окраски

Помещают две аликовотные части раствора в соответствии с таблицей 1 в отдельные мерные колбы вместимостью 50 см³, чтобы готовить анализируемый раствор и раствор сравнения. Вводят добавки с помощью бюреток или пипеток, перемешивая растворы после каждой добавки.

а) Анализируемый раствор:

- раствор железа (4.13), если необходимо (таблица 1);
- раствор холостого опыта (4.14), если необходимо (таблица 1);
- 2,0 см³ раствора щавелевокислого аммония (4.12);
- 6,0 см³ хлористоводородной кислоты (4.7);
- 8,0 см³ раствора аскорбиновой кислоты (4.11), после добавления необходима выдержка в течение 5 мин;
- 10,0 см³ раствора диантипирилметана (4.15).

б) Раствор сравнения:

- раствор железа (4.13), если необходимо (таблица 1);
- раствор холостого опыта (4.14), если необходимо (таблица 1);
- 2,0 см³ раствора щавелевокислого аммония (4.12);
- 8,0 см³ хлористоводородной кислоты (4.7);
- 8,0 см³ раствора аскорбиновой кислоты (4.11), после добавления необходима выдержка в течение 5 мин.

Растворы а) и б) 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.

Т а б л и ц а 1

| Массовая доля титана, % | Масса аналитической навески, г | Вместимость мерной колбы анализируемого раствора, см ³ | Объем аликовотной 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 см³. Добавляют объем стандартного раствора титана (4.16.2) по таблице 2 и далее проводят анализ по 7.3.1.

Затем добавляют 10 см³ хлористоводородной кислоты (4.7), 1,0 г кислого сернокислого калия (4.2) и 10 см³ раствора винной кислоты (4.10) к каждому фильтрату, хорошо перемешивают до полного растворения. Раствор охлаждают, помещают в серию мерных колб вместимостью 100 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть объемом 10,0 см³ каждого градуировочного раствора помещают в отдельную мерную колбу вместимостью 50 см³ и добавляют реагенты для полного проявления окраски, как указано в 7.3.3.

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

Причина — 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/см³ 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/см³.

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

$$W_{Ti} = (\rho_{Ti,1} - \rho_{Ti,0}) \frac{1}{10^6} \cdot \frac{V_0}{V_1} \cdot \frac{V_1}{m} \cdot 100 = (\rho_{Ti,1} - \rho_{Ti,0}) \frac{1}{10^6} \cdot \frac{V_0}{V_1} \cdot \frac{50}{m} \cdot 100 = \frac{V_0(\rho_{Ti,1} - \rho_{Ti,0})}{200mV_1},$$

где $\rho_{Ti,0}$ — концентрация титана в растворе холостого опыта (с поправкой на его раствор сравнения), мкг/см³;

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

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

V_1 — объем аликовой 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.

П р и м е ч а н и я

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).

Т а б л и ц а 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 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$, сплавляют с 5 г карбоната натрия (4.3) при $950\text{ }^{\circ}\text{C}$. 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 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$.

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).

П р и м е ч а н и е — 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.

Причина — $W_{Ti,1}$ — общее среднее значение результатов, полученных в течение одного дня; $W_{Ti,2}$ — общее среднее значение результатов с учетом данных двух дней.

Приложение B
(справочное)

Графическое представление данных прецизионности

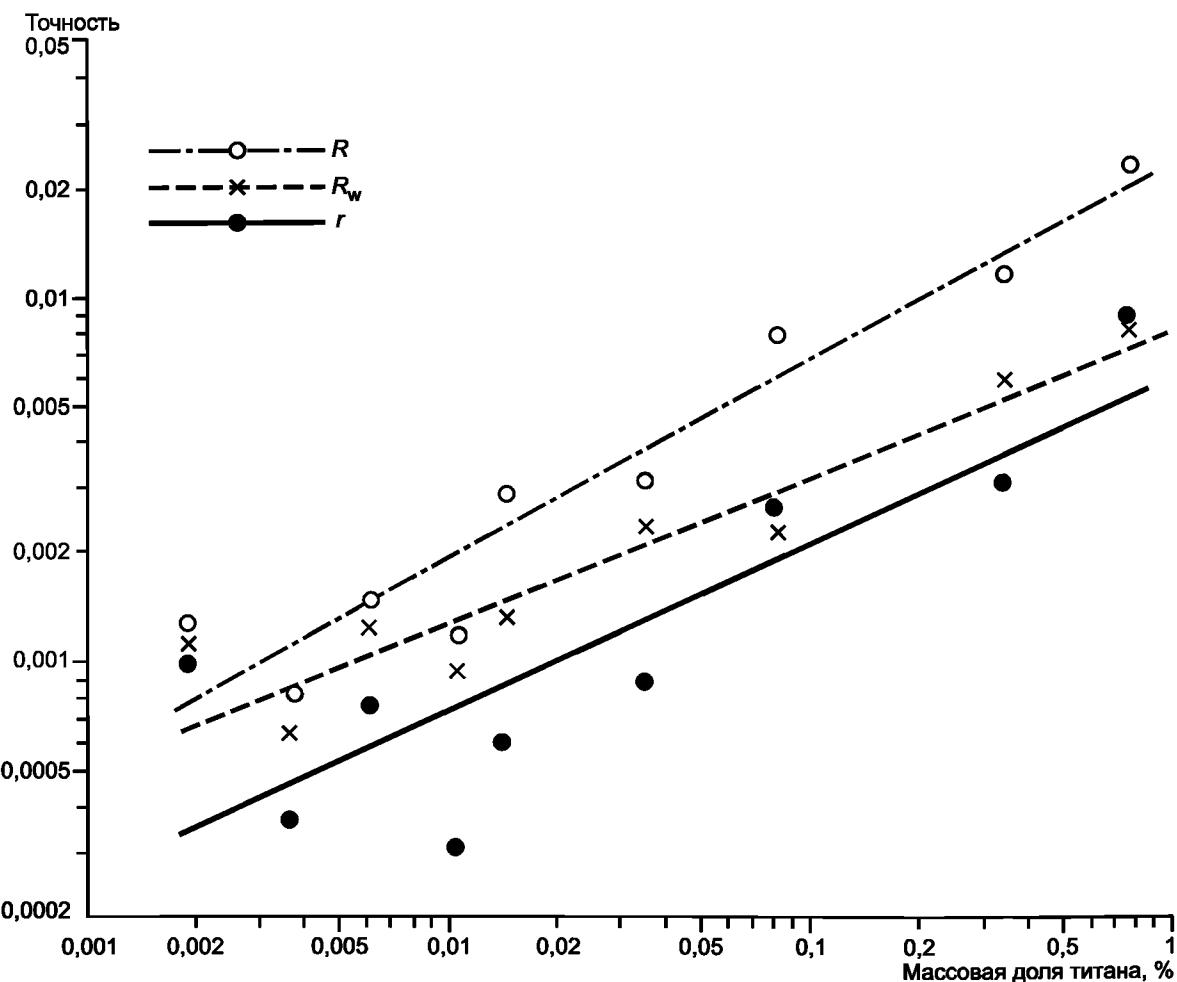


Рисунок В.1—Логарифмические зависимости между массовыми долями титана (W_{Ti}), повторяемостью (r) и воспроизводимостью (R и R_w):

$$\lg r = 0,467 \lg W_{Ti, 1} - 2,189;$$

$$\lg R_w = 0,558 \lg W_{Ti, 1} - 1,590;$$

$$\lg R_w = 0,364 \lg W_{Ti, 2} - 2,091,$$

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. Бюretки. 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.

Причение — 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.
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.