



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СТАЛЬ ТА ЧАВУН

**Визначення хрому методом полуменевої
атомно-абсорбційної спектрометрії
(ISO 10138:1991, IDT)**

ДСТУ ISO 10138:2005

Видання офіційне

БЗ № 10–2005/739

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2008

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Український державний науково-дослідний інститут металів

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: **С. Спіріна**, (науковий керівник), канд. хім. наук; **В. Спірін**

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 2 грудня 2005 р. № 345 з 2007–04–01; згідно з наказом Держспоживстандарту України від 2 серпня 2007 р. № 176 чинність встановлена з 2008–03–01

3 Національний стандарт відповідає ISO 10138:1991 Steel and iron — Determination of chromium content flame atomic absorption spectrometric method (Визначання хрому методом полуменевої атомно-абсорбційної спектроскопії)

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України

Держспоживстандарт України, 2008

ЗМІСТ

	С.
Національний вступ	IV
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Суть методу	2
4 Реактиви	2
5 Апаратура	3
6 Відбирання та готування проб	4
7 Аналізування	4
8 Опрацювання результатів аналізу	7
9 Протокол за результатами аналізу	7
Додаток А Методи визначання показників точності приладу	8
Додаток В Додаткова інформація про проведення спільних міжнародних досліджень	9
Додаток С Графічне зображення показів точності	10

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 10138:1991 Steel and iron — Determination of chromium content flame atomic absorption spectrometric method (Визначання хрому методом полуменевої атомно-абсорбційної спектроскопії).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 3 «Стандартизація методів визначання хімічного складу матеріалів металургійного виробництва».

Стандарт містить вимоги, що відповідають чинному законодавству.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- вилучено додатковий матеріал «Вступ»;
- до розділу 2 «Нормативні посилання» долучено «Національне пояснення», виділене в тексті рамкою;
- слова «цей європейський стандарт» замінено на «цей стандарт»;
- структурні елементи стандарту: «Титульний аркуш», «Передмову», «Національний вступ» та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;
- одиниці вимірювання — ml, l замінено на см³, дм³ згідно з системою SI;
- замінено назву стандарту згідно з вимогами національної стандартизації України;
- введено нумерацію формул для зручності користувача.

Копії міжнародних стандартів, на які є посилання у цьому стандарті, можна отримати у Головному фонді нормативних документів.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СТАЛЬ ТА ЧАВУН

Визначення хрому
методом полуменевої атомно-абсорбційної спектроскопії

СТАЛЬ И ЧУГУН

Определение хрома
методом пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии

STEEL AND IRON

Determination of chromium content
flame atomic absorption spectrometric method

Чинний від 2008-03-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей національний стандарт установлює метод полуменевої атомно-абсорбційної спектроскопії для визначання хрому в нелегованих і низьколегованих сталях і чавунах.

Цей метод застосовний у разі масової частки хрому від 0,002 % до 2,0 %.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

Наведені нижче нормативні документи містять положення, які через посилання в цьому стандарті становлять положення цього стандарту. Для датованих посилань пізніші зміни до будь-якого з цих видань або перегляд їх не застосовують. Однак учасникам угод, базованих на цьому стандарті, необхідно визначити можливість застосування найновіших видань нормативних документів. Члени ІЕС та ІСО впорядковують каталоги чинних міжнародних стандартів.

ISO 377-2:1989 Selection and preparation of samples and test pieces of wrought steels — Part 2: Samples for determination of the chemical composition

ISO 385-1:1984 Laboratory glassware — Burettes — Part 1: General requirements

ISO 648:1977 Laboratory glassware — One-mark pipettes

ISO 1042:1983 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks

ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use — specification and test methods

ISO 5725-1986 Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test methods by inter-laboratory tests.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 377-2:1989 Сталь здеформована. Відбирання і готування проб для досліджень. Частина 2. Проби для визначання хімічного складу

ISO 385-1:1984 Посуд лабораторний скляний. Бюретки. Частина 1. Загальні вимоги

ISO 648:1977 Посуд лабораторний скляний. Піпетки з однією позначкою

ISO 1042:1983 Посуд лабораторний скляний. Мірні колби з однією позначкою

ISO 3696:1987 Вода для застосування в лабораторних цілях. Технічні вимоги і методи досліджування

ISO 5725:1986 Точність методів аналізування. Визначання збіжності і відтворності стандартного методу аналізування за допомогою міжлабораторних досліджень.

3 СУТЬ МЕТОДУ

Розчинення наважки дослідної проби в соляній кислоті з подальшим окиснюванням азотною кислотою.

Фільтрування і прожарювання нерозчинного в кислоті залишку. Видалення діоксиду кремнію за допомогою фтористоводневої кислоти.

Сплавлення залишку з калієм кислим сірчаноокислим, розчинення плаву в кислоті і додавання розчину до основного фільтрату.

Розпорошення розчину в полум'ї закис азоту — ацетилен.

Спектрометричне вимірювання атомної абсорбції за довжини хвилі від 357,9 нм до 425,4 нм з використанням лампи з порожнистим катодом для визначання хрому.

4 РЕАКТИВИ

Під час аналізування, якщо немає інших вказівок, потрібно використовувати реактиви тільки відомого аналітичного ступеня чистоти і воду не гірше класу 2 згідно з ISO 3696.

4.1 Залізо чисте, яке містить менше 0,0002 % (мас.) хрому

4.2 Калій кислий сірчаноокислий (KHSO_4)

4.3 Кислота соляна, ρ близько 1,19 г/см³

4.4 Кислота азотна, ρ близько 1,40 г/см³

4.5 Кислота фтористоводнева, ρ близько 1,15 г/см³

4.6 Кислота сірчана, ρ близько 1,84 г/см³

4.7 Кислота сірчана, ρ близько 1,84 г/см³, розведена 1:3

4.8 Фоновий розчин

Зважують 10,00 г чистого заліза (4.1) з точністю до 0,01 г і вміщують наважку в стакан місткістю 1 дм³. Додають 10 г калію кислого сірчаноокислого (4.2) і 150 см³ соляної кислоти (4.3), злегка нагрівають до розчинення, додають 30 см³ азотної кислоти (4.4), додаючи її малими порціями. Розчин охолоджують і переносять у мірну колбу місткістю 250 см³, розводять до позначки водою і перемішують.

25 см³ цього фонового розчину містить 1,000 г заліза.

4.9 Хром, стандартні розчини

4.9.1 Вихідний розчин, що містить 1,0 г хрому в 1 дм³

Зважують з точністю до 0,001 г 1,000 г металевого хрому зі ступенем чистоти більше ніж 99,9 % (мас). Наважку вміщують у стакан місткістю 250 см³ і додають 40 см³ соляної кислоти (4.3). Накривають годинниковим склом і нагрівають до розчинення. Розчин охолоджують до кімнатної температури і переносять кількісно в мірну колбу з однією позначкою місткістю 1000 см³, розводять до позначки водою і перемішують.

1 см³ цього розчину містить 1,0 мг хрому.

4.9.2 Стандартний розчин А, що містить 400 мг хрому в 1 дм³

100,0 см³ вихідного розчину (4.9.1) переносять у мірну колбу з однією позначкою місткістю 250 см³, розводять водою до позначки і перемішують.

Розчин готують безпосередньо перед застосуванням.

1 см³ цього стандартного розчину містить 400 мкг хрому.

4.9.3 Стандартний розчин В, що містить 100 мг хрому в 1 дм³

10 см³ вихідного розчину (4.9.1) переносять у мірну колбу з однією позначкою місткістю 100 см³, розводять водою до позначки і перемішують.

Розчин готують безпосередньо перед застосуванням.
 1 см^3 цього стандартного розчину містить 100 мкг хрому.

5 АПАРАТУРА

Весь мірний скляний посуд повинен бути класу А відповідно до ISO 385-1, ISO 648 чи ISO 1042 залежно від виду посуду.

Звичайне лабораторне устаткування, а також:

5.1 Платиновий тигель місткістю 30 см^3

5.2 Атомно-абсорбційний спектрометр

Лампа з порожнистим катодом для визначання хрому, система подавання закису азоту й ацетилену, досить чистих для отримання стійкого прозорого, збідненого горючим газом полум'я, що не містить води, олії і хрому.

Атомно-абсорбційний спектрометр відповідатиме заданим вимогам, якщо після налагоджування, відповідно до 7.3.4, межа виявлення і характеристична концентрація збігаються зі значеннями, зазначеними виробником, і відповідають критеріям точності, наведеним у 5.2.1—5.2.3.

Бажано, щоб прилад відповідав додатковим вимогам до експлуатаційних характеристик, наведених у 5.2.4.

5.2.1 Мінімальна точність (див. А.1 додатка А)

Розраховують стандартний відхил результатів десяти вимірювань абсорбції градуовального розчину з найбільшою концентрацією хрому. Стандартний відхил не повинен перевищувати $1,5 \%$ від середнього значення абсорбції.

Розраховують стандартний відхил результатів десяти вимірювань абсорбції градуовального розчину з найменшою концентрацією хрому (крім нульового розчину). Стандартний відхил не повинен перевищувати $0,5 \%$ від середнього значення абсорбції градуовального розчину з найбільшою концентрацією.

5.2.2 Межа виявлення (див. А.2 додатка А)

Межу виявлення визначають як подвійний стандартний відхил результатів 10 вимірювань абсорбції розчину, що містить визначуваний елемент у такій кількості, щоб значення абсорбції цього розчину було трохи вище від нульового розчину.

Межа виявлення хрому повинна бути не більш ніж $0,05 \text{ мкг/см}^3$ для довжини хвилі $357,9 \text{ нм}$ і не більш ніж $0,15 \text{ мкг/см}^3$ для довжини хвилі $425,4 \text{ нм}$.

5.2.3 Лінійність графіка (див. А.3 додатка А)

Кут нахилу градуовального графіка, що відповідає верхнім 20% діапазону масових часток (виражений як різниця значень абсорбції), повинен становити не менше ніж $0,7$ кута нахилу градуовального графіка, що відповідає нижнім 20% діапазону масових часток, визначеним тим самим способом.

Для приладів з автоматичним градуванням, з використанням двох чи більше стандартних зразків, до початку аналізування за отриманими значеннями абсорбції необхідно переконатись, що зазначених вище вимог щодо лінійності графіка дотримано.

5.2.4 Характеристична концентрація (див. А.4 додатка А)

Характеристична концентрація хрому не повинна перевищувати $0,2 \text{ мкг/см}^3$ для довжини хвилі $357,9 \text{ нм}$ і $0,5 \text{ мкг/см}^3$ для довжини хвилі $425,4 \text{ нм}$.

5.3 Допоміжне устаткування

Для оцінювання відповідності критеріям, зазначеним у 5.2.1—5.2.3 і для всіх наступних вимірювань рекомендовано застосовувати стрічковий самописець та (або) цифровий зчитувальний пристрій.

На рівні перешкод, що перевищують похибку одержування показів на приладі, можна застосовувати розширення шкали; те саме рекомендовано у разі значення абсорбції нижчої ніж $0,1$. У разі відсутності в приладі пристрою для визначання коефіцієнта розширювання шкали, його значення можна розрахувати, провівши вимірювання придатного розчину з розширюванням і без розширювання шкали і знайшовши відношення відповідних сигналів.

6 ВІДБИРАННЯ ТА ГОТУВАННЯ ПРОБ

Відбирають і готують проби відповідно до ISO 377-2 чи відповідних національних стандартів для сталі і чавуну.

7 АНАЛІЗУВАННЯ

7.1 Проба для аналізування

Зважують 1,000 г дослідної проби з точністю до 0,001 г.

7.2 Контрольний дослід

Паралельно з визначанням проводять контрольний дослід за тією самою методикою і використовуючи ті самі кількості всіх необхідних реактивів, зокрема чисте залізо (4.1).

7.3 Визначання

7.3.1 Готування дослідного розчину

7.3.1.1 Розчинення дослідної проби

Наважку дослідної проби (7.1) вміщують у стакан місткістю 250 см³. Додають 15 см³ соляної кислоти (4.3), накривають стакан годинниковим склом й обережно нагрівають до повного розчинення наважки. Додають по краплях 3 см³ азотної кислоти (4.4) для окиснювання і кип'ятять протягом 1 хв для видалення оксидів азоту.

Після охолодження додають близько 15 см³ води, фільтрують через щільний фільтрувальний папір і збирають фільтрат у колбу місткістю 250 см³. Промивають фільтр кілька разів теплою водою, збираючи промивні води в ту саму колбу. Фільтрат зберігають як основний розчин.

7.3.1.2 Оброблення нерозчинного залишку

Фільтрувальний папір із залишком переносять у платиновий тигель (5.1), сушать і прожарюють за низької температури до видалення всіх речовин, що містять вуглець, і остаточно прожарюють за температури близько 800 °С не менше ніж 15 хв. Охолоджують, додають 2 краплі сірчаної кислоти (4.7) і близько 2 см³ фтористоводневої кислоти (4.5). Випарюють досуха, нагрівають до температури близько 800 °С і охолоджують. Додають 1 г кислого сірчаноокислого калію (4.2) і обережно сплавляють до отримання прозорого сплаву.

Для залишків, що містять карбід хрому, необхідно більш тривале нагрівання для повного сплавлювання. Під час цього до охолодженого сплавлювання додають 2 краплі сірчаної кислоти (4.6). Сплавлювання повторюють до повного розплавлення залишку.

Після охолодження до затверділого плаву у тиглі додають 10 см³ води і 2 см³ соляної кислоти (4.3), переносять вміст у стакан місткістю 250 см³ і обережно нагрівають до розчинення плаву. Розчин охолоджують і додають до основного розчину (див. 7.3.1.1).

7.3.1.3 Розведення дослідного розчину

Залежно від очікуваного змісту хрому, дослідний розчин (див. 7.3.1.2) доводять до такого об'єму:

- а) для вмісту хрому до 0,1 % (мас.) включно — 100 см³;
- б) для вмісту хрому від 0,1 % (мас.) до 2 % (мас.) — 500 см³.

7.3.2 Готування градувальних розчинів

Процедура готування градувальних розчинів залежить від передбачуваного вмісту хрому.

- а) Масова частка хрому до 0,1 % включно.

У сім мірних колб з однією позначкою місткістю 100 см³ кожна вміщують по 25,0 см³ фонового розчину (4.8). За допомогою піпетки чи бюретки в кожен колбу додають визначений об'єм стандартного розчину хрому В (4.9.3) відповідно до таблиці 1. Розводять до позначки водою і перемішують.

Таблиця 1

Об'єм стандартного розчину хрому В (4.9.3), см ³	Відповідна маса хрому, мг
0 ¹⁾	0
1,0	0,1
2,0	0,2
4,0	0,4

Кінець таблиці 1

Об'єм стандартного розчину хрому В (4.9.3), см ³	Відповідна маса хрому, мг
6,0	0,6
8,0	0,8
10,0	1,0
¹⁾ Нульовий розчин.	

б) Масова частка хрому від 0,1 % до 0,5 %.

У сім мірних колб з однією позначкою місткістю 100 см³ кожна вміщують по 5,0 см³ фонового розчину (4.8). За допомогою піпетки чи бюретки в кожен колбу додають визначений об'єм стандартного розчину хрому В (4.9.3) відповідно до таблиці 1. Розводять до позначки водою і перемішують.

с) Масова частка хрому від 0,5 % до 2,0 %.

У сім мірних колб з однією позначкою місткістю 100 см³ кожна вміщують по 5,0 см³ фонового розчину (4.8). За допомогою піпетки чи бюретки в кожен колбу додають визначений об'єм стандартного розчину хрому А (4.9.2) відповідно до таблиці 2. Розводять до позначки водою і перемішують.

Таблиця 2

Об'єм стандартного розчину хрому А (4.9.2), см ³	Відповідна маса хрому, мг
0 ¹⁾	0
1,0	0,4
2,0	0,8
4,0	1,6
6,0	2,4
8,0	3,2
10,0	4,0
¹⁾ Нульовий розчин.	

7.3.3 Настроювання атомно-абсорбційного спектрометра

Див. таблицю 3.

Таблиця 3

Елемент	Характеристика
Тип лампи Довжина хвилі Полум'я Струм лампи Ширина смуги	Лампа з порожнистим катодом для визначання хрому У разі масової частки хрому до 0,5 % включно: 357,9 нм У разі масової частки хрому більше 0,5 % : 425,4 нм Закис азоту-ацетилен, збіднене пальним газом полум'я, відрегульоване на максимальну чутливість до хрому Відповідно до рекомендацій виробника Відповідно до рекомендацій виробника.
ЗАСТОРОГА! Необхідно точно виконувати настанови виробника, звертаючи особливу увагу на наступні положення щодо техніки безпеки: а) ацетилен вибухонебезпечний, тому необхідно дотримуватись правил його застосування; б) необхідно захистити очі від ультрафіолетового випромінювання за допомогою окулярів з темним склом; с) сопла пальника необхідно утримувати в чистоті, видаляючи осади, тому що значне забруднення пальника може стати причиною проскакування полум'я у середину пальника; д) гідрозакрив необхідно заповнювати водою; е) після кожного досліджування розчину, розчину контрольного досліді і (або) градувальних розчинів необхідно розпорошувати здистильовану воду.	

Якщо немає рекомендацій виробника щодо вибору ширини смуги (як згадано в таблиці 3), запропоновано використовувати наступні значення:

Для довжини хвилі 357,9 нм — ширина смуги від 0,2 нм до 1,0 нм;

Для довжини хвилі 425,4 нм — ширина смуги від 0,2 нм до 1,0 нм.

7.3.4 Готування атомно-абсорбційного спектрометра до роботи

Під час готування приладу до роботи необхідно виконувати інструкції виробника.

Після того, як відрегульовані струм лампи, довжина хвилі, потік газу і запалений пальник, розпорошують воду до одержання стабільних показів.

Встановлюють нульове значення абсорбції щодо води.

Для одержання досить стійкого сигналу, що відповідає вимогам точності в 5.2.1—5.2.3, вибирають час на загасання чи інтеграцію.

Регулюють полум'я пальника таким чином, щоб воно було збіднено палим газом, а висоту пальника встановлюють приблизно на 1 см нижче світлового потоку. Розпорошують по черзі градувальний розчин з найвищою концентрацією і нульовий розчин, регулюють потік газу і положення пальника (по горизонталі, по вертикалі і по куту повороту), доки різниця у величинах абсорбції між градувальним і нульовим розчинами не стане максимальною.

Перевіряють, щоб спектрометр був точно настроєний на необхідну довжину хвилі.

Перевіряють відповідність критеріям згідно з 5.2.1—5.2.3 і додатковим вимогам до експлуатаційних характеристик згідно з 5.2.4, щоб переконатися, що прилад підготовлений для аналізування хрому.

7.3.5 Спектрометричні вимірювання

Встановлюють таке розширення шкали, щоб градувальний розчин з найбільшою концентрацією давав відхил майже на всю шкалу. Після того, як прилад вийшов на стабільний режим роботи, відповідно до вимог 5.2.1, вибирають два градувальні розчини, один із яких має абсорбцію трохи меншу, а другий — трохи більшу порівняно з розчином дослідної проби. Розпорошують ці розчини спочатку в порядку зростання, а потім зменшення концентрації, причому дослідний розчин розпорошують між двома градувальними розчинами і в кожному випадку вимірюють величину абсорбції щодо води.

Знову розпорошують весь ряд градувальних розчинів.

Встановлено, що ця методика непридатна для автоматичних приладів, які працюють тільки за двома градувальними розчинами. Очевидно, у цьому випадку не слід використовувати ці два градувальні розчини для первинного градування. Їх варто вимірювати по черзі разом із дослідним розчином.

Виконуючи серію вимірювань, розпорошують градувальні розчини через незначні тимчасові інтервали. Пальник слід чистити, якщо отримані результати показують зниження точності, внаслідок його забруднення.

Одержують середнє значення абсорбції кожного градувального розчину, дослідного розчину і розчину контрольного досліді.

7.4 Побудова градувального графіка

Для кожної серії визначань і для кожного передбачуваного інтервалу масової частки хрому необхідно будувати свій градувальний графік.

Звичайно величина абсорбції нульового розчину мізерна. Якщо ж абсорбція нульового розчину значна, застосовують складнішу процедуру розрахунку. У цьому випадку концентрація хрому $\rho_{Cr,z}$ у нульовому розчині може бути отримана за формулою:

$$\rho_{Cr,z} = \rho_{Cr,c1} \cdot \frac{A_z}{A_{c1} - A_z}, \quad (1)$$

де $\rho_{Cr,z}$ — концентрація хрому у першому градувальному розчині, мкг/см^3 ;

A_z — абсорбція нульового розчину;

A_{c1} — абсорбція першого градувального розчину.

Отримане значення $\rho_{Cr,z}$ додають до номінального значення концентрації кожного градувального розчину для побудови градувального графіка, що проходить через початок координат.

За отриманими даними будують градувальний графік у координатах: середні значення абсорбції градувальних розчинів — концентрація хрому в мкг/см^3 .

За градувальним графіком порівнюють значення абсорбції двох найближчих градувальних розчинів. Якщо їх відхил на графіку не виходить за границі критеріїв точності, що допустимо, то і значення, отримані для дослідного розчину, вважаються прийнятними.

8 ОПРАЦЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ АНАЛІЗУ

8.1 Методика розрахунку

Використовуючи градувальний графік за значеннями абсорбції дослідного розчину і розчину контрольного досліді, знаходять концентрацію хрому в мкг/см³ (7.4).

Масову частку хрому W_{Cr} (у відсотках) визначають за формулою:

$$W_{Cr} = \frac{(\rho_{Cr,1} - \rho_{Cr,0}) \cdot \frac{V}{100} \cdot 100}{10^6} \cdot \frac{100}{m} = \frac{(\rho_{Cr,1} - \rho_{Cr,0}) \cdot V}{10^4 m}, \quad (2)$$

де $\rho_{Cr,0}$ — концентрація хрому в розчині контрольного досліді (7.2), мкг/см³;

$\rho_{Cr,1}$ — концентрація хрому в дослідному розчині (7.4), мкг/см³;

V — об'єм розведеного дослідного розчину (7.3.1.3), см³;

m — маса наважки, г.

8.2 Точність результатів аналізу

Планове перевіряння цього методу проводили в 19 лабораторіях із застосуванням восьми проб із різними значеннями масової частки хрому. У кожній лабораторії було проведено по три визначання хрому в кожній пробі, наданій для аналізування (див. примітки 1 і 2).

У додатку В перераховані проби, надані для аналізування.

Статистичне опрацювання результатів проведено відповідно до вимог ISO 5725.

Отримані дані, наведені в таблиці 4, показали логарифмічну залежність між масовою часткою хрому, збіжністю (r) і відтворністю (R і R_w) результатів аналізу (див. примітку 3).

Графічне подання показів точності викладено у додатку С.

Таблиця 4

Масова частка хрому, %	Збіжність, r	Відтворність	
		R	R_w
0,002	0,000 30	0,000 74	0,000 44
0,005	0,000 53	0,001 31	0,000 81
0,01	0,000 83	0,002 03	0,001 28
0,02	0,001 30	0,003 15	0,002 03
0,05	0,002 35	0,005 62	0,003 75
0,1	0,003 66	0,008 70	0,005 96
0,2	0,005 72	0,013 5	0,009 47
0,5	0,010 3	0,024 0	0,017 5
1,0	0,016 1	0,037 2	0,027 8
2,0	0,025 1	0,057 6	0,044 1

Примітка 1. Два з кожних трьох визначань проводили в умовах збіжності, як зазначено в ISO 5725, тим самим аналітиком в однакових робочих умовах на тому самому устаткованні з незмінним градуванням за мінімальний проміжок часу.

Примітка 2. Третє визначання проводили іншим часом (іншого дня) тим самим аналітиком (див. примітку 1) на тому самому устаткованні, але з новим градуванням.

Примітка 3. За результатами, отриманими у перший день, були розраховані збіжність (r) і відтворність (R) за методикою, описаною в ISO 5725. Внутрішньолaboratorна відтворність (R_w) була обчислена за першим результатом, отриманим першого дня, і за результатом, отриманим другого дня.

9 ПРОТОКОЛ ЗА РЕЗУЛЬТАТАМИ АНАЛІЗУ

Протокол за результатами аналізу повинен містити:

- всю інформацію, необхідну для ідентифікації проб, лабораторій і дати аналізування;
- назву методу, що застосовували з посиланням на цей стандарт;
- отримані результати і форму їх подання;
- перелік будь-яких незвичайних явищ, помічених під час аналізування;
- перелік будь-яких операцій, непередбачених цим стандартом, чи будь-яких додаткових операцій, що можуть вплинути на результати аналізу.

ДОДАТОК А
(довідковий)**МЕТОДИ ВИЗНАЧАННЯ ПОКАЗНИКІВ ТОЧНОСТІ ПРИЛАДУ**

Під час розроблення стандарту на методи аналізування з використанням полуменевої атомно-абсорбційної спектрометрії наведені нижче характеристики визначали на підставі результатів міжлабораторних досліджень уповноваженою робочою групою.

А.1 Визначання мінімальної точності

Градуювальний розчин з найбільшою концентрацією розпорошують десять разів. З отриманих 10 значень абсорбції A_{Ai} розраховують середнє значення $\bar{A}_A$.

Градуювальний розчин з найменшою концентрацією (крім нульового розчину) десять разів розпорошують. З отриманих 10 значень абсорбції A_{Bi} розраховують середнє значення $\bar{A}_B$.

Стандартні відхили S_A і S_B значень абсорбції градувальних розчинів з найбільшою і найменшою концентрацією розраховують за формулами:

$$S_A = \sqrt{\frac{\sum (A_{Ai} - \bar{A}_A)^2}{9}} \quad (3)$$

$$S_B = \sqrt{\frac{\sum (A_{Bi} - \bar{A}_B)^2}{9}} \quad (4)$$

Мінімальну точність за градувальними розчинами з найбільшою і найменшою концентрацією визначають відповідно за формулами:

$$S_A \cdot 100 / \bar{A}_A \text{ і } S_B \cdot 100 / \bar{A}_B \quad (5)$$

А.2 Визначання межі виявлення, $r_{Cr, min}$

Готують два розчини, склад яких точно відповідає складу розчину дослідної проби, але з наступними відомими концентраціями елемента, який визначають:

- ρ'_{Cr} , мкг/см³, що дає значення абсорбції A' , яке приблизно дорівнює 0,01;
- контрольний розчин основи, що дає значення абсорбції A_0 .

Приготовлені розчини розпорошують по 10 разів кожен, реєструючи кожен показ приблизно за 10 с, застосовуючи достатнє розширювання шкали, щоб одержати виразний видимий відхил сигналу.

Знаходять середні значення абсорбції $\bar{A}'$ і $\bar{A}_0$.

Стандартний відхил $S_{A'}$ обчислюють за формулою:

$$S_{A'} = \sqrt{\frac{\sum (A'_i - \bar{A}')^2}{9}} \quad (6)$$

де A'_i — кожне, окремо виміряне значення абсорбції;
 $\bar{A}'$ — середнє значення величин A'_i .

Межу виявлення, $\rho_{Cr min}$ обчислюють за формулою:

$$\rho_{Cr min} = \frac{\rho'_{Cr} \cdot S_{A'} \cdot k}{\bar{A}' - \bar{A}_0} \quad (7)$$

(k зазвичай дорівнює 2).

А.3 Критерій лінійності графіка

Після побудови градувального графіка до застосування якого-небудь способу його коректування знаходять істинну абсорбцію A_A , для верхніх 20% діапазону концентрацій та істинну абсорбцію A_B , для нижніх 20 % діапазону концентрацій. Визначають відношення A_A/A_B . Воно має бути менше ніж 0,7 (див. рисунок А.1).

А.4 Визначання характеристичної концентрації $r_{Cr, k}$

Готують розчин, склад якого точно відповідає складу дослідної проби, але з відомим значенням концентрації елемента, яке визначають ρ_{Cr} , мкг/см^3 , що дає значення абсорбції A , яке приблизно дорівнює 0,1.

Розпорошують цей розчин і розчин контрольного досліді без розширювання шкали і вимірюють значення абсорбції A та A_0 .

Характеристичну концентрацію $\rho_{Cr, k}$ розраховують за формулою:

$$\rho_{Cr, k} = \frac{\rho_{Cr} \cdot 0,0044}{A - A_0} \quad (8)$$

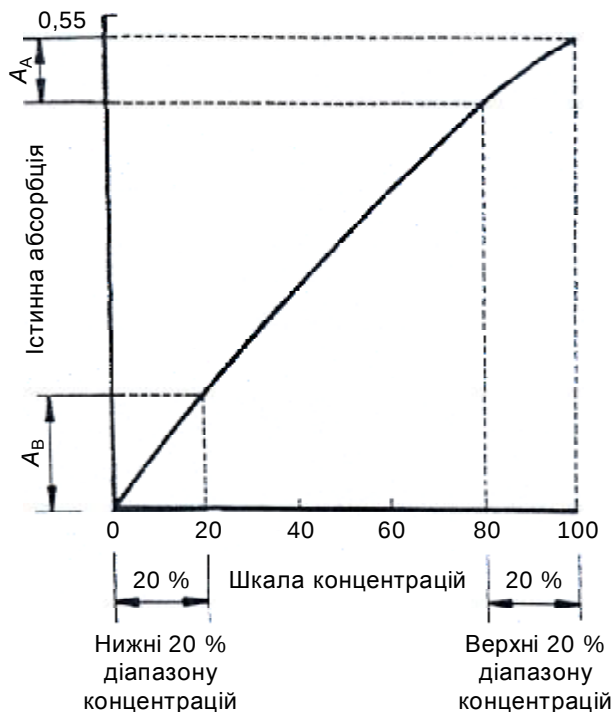


Рисунок А.1

ДОДАТОК В
(довідковий)

ДОДАТКОВА ІНФОРМАЦІЯ ПРО ПРОВЕДЕННЯ СПІЛЬНИХ МІЖНАРОДНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ

Таблиця 4 складена за результатами, отриманими під час міжнародних міжлабораторних вимірювань, що їх проводили у 1987 і 1991 роках із застосуванням п'яти проб сталі і трьох проб чавуну в 19 лабораторіях семи країн. Результати вимірювань були опубліковані в документі 17/1 № 738, в лютому 1988 р.

Покази точності графічно подані у додатку С.

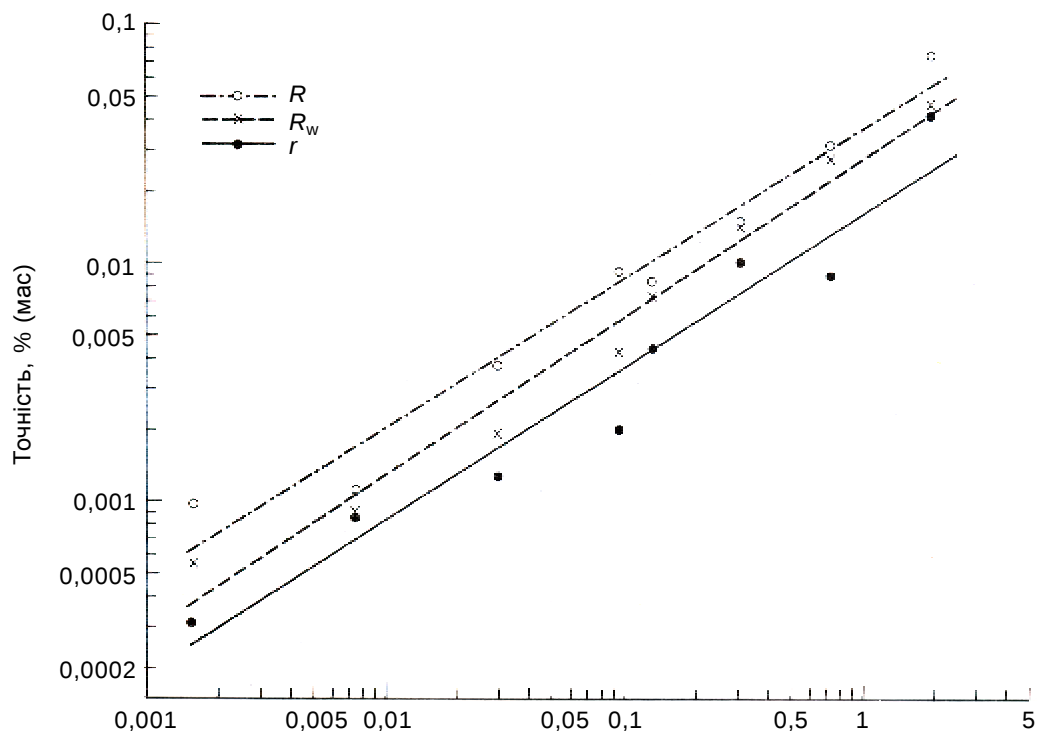
У таблиці В.1 перелічені проби, використані під час вимірювань.

Таблиця В.1

Проба	Масова частка хрому, % (мас.)			Довжина хвилі, нм
	Атестоване значення	Отримані значення		
		$\overline{W}_{Cr,1}$	$\overline{W}_{Cr,2}$	
ECRM 097-1 (залізо високої чистоти)	0,001 6	0,001 56	0,001 60	357,9
NBS 365 (електролітичне залізо)	0,007 2	0,007 48	0,007 46	
JSS 102-4 (чушковий чавун)	0,030	0,029 8	0,029 9	
BCS 408 (низьколегована сталь)	0,09	0,095 0	0,095 0	
JSS 151-9 (низьколегована сталь)	0,13	0,132	0,132	
JSS 150-8 (низьколегована сталь)	0,30	0,311	0,312	
JSS 504-5 (низьколегована сталь)	0,73	0,741	0,743	425,4
JSS 154-9 (низьколегована сталь)	1,98	1,975	1,973	
$\overline{W}_{Cr,1}$: загальне середнє за один день				
$\overline{W}_{Cr,2}$: загальне середнє за різні дні				

ДОДАТОК С
(довідковий)

ГРАФІЧНЕ ЗОБРАЖЕННЯ ПОКАЗІВ ТОЧНОСТІ



Масова частка хрому, %
 $\lg r = 0,642\,78 \lg w_{Cr} - 1,793\,4$
 $\lg R_w = 0,667\,99 \lg w_{Cr} - 1,556\,6$
 $\lg R = 0,631\,08 \lg w_{Cr} - 1,429\,6$

Рисунок С.1 — Логарифмічна залежність між масовою часткою хрому (W_{Cr}), збіжністю (r) і відтворністю (R і R_w).

Код УКНД 77.080.01

Ключові слова: хром, сталь, чавун, метод атомно-абсорбційної спектрометрії, стандартний розчин, фільтрування, сплавлювання, мінімальна точність, межа виявлення, стандартний відхил, характеристична концентрація, спектрометричні вимірювання, градувальний графік.

Редактор **А. Біденко**
Технічний редактор **О. Марченко**
Коректор **В. Варчук**
Верстальник **Р. Дученко**

Підписано до друку 15.02.2008. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 1,39. Зам. Ціна договірна.

Виконавець
Державне підприємство «Український науково-дослідний
і навчальний центр проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115

Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру
видавців, виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006 р., серія ДК, № 1647