



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.65—2012
代替 GB/T 223.65—1988

钢铁及合金 钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Steel, iron and alloy—Determination of cobalt content—
Flame atomic absorption spectrometric method

(ISO 11652:1997, MOD)

2012-12-31 发布

2013-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分修改采用 ISO 11652《钢铁 钴含量测定 火焰原子吸收光谱法》，结构和技术内容(除部分规范性引用文件外)与其一致。

为便于使用，本部分做了下列编辑性修改：

- a) 删除国际标准的前言；
- b) 引用标准中用国家标准代替相应的国际标准。

本部分与 GB/T 223.65—1988 相比较，主要做了以下修改：

- 测定范围由 0.01%~0.5% 调整为 0.003%~5.0%；
- 试料处理由根据不同试料加入不同的酸改为统一由盐酸、硝酸溶解，高氯酸冒烟；
- 由统一的校准曲线改为分段绘制校准曲线。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢铁标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本部分主要起草单位：国家不锈钢制品质量监督检验中心、国家钢铁及制品质量监督检验中心、钢铁研究总院。

本部分主要起草人：陈安源、马园园、甘正斌、姚成虎、罗倩华、崔秋红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

GB/T 223.65—1988。

钢铁及合金 钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 223 的本部分规定了用火焰原子吸收光谱法测定钢铁中钴含量。
本部分适用于钢铁及合金中质量分数为 0.003%~5.0% 钴含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 1 部分:总则与定义(GB/T 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994,IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994, IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

GB/T 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法(GB/T 20066—2006,ISO 14284:1996,IDT)

ISO 5725-3 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第 3 部分:标准测量方法精密度的中间度量

3 原理

试料用盐酸和硝酸分解,加高氯酸蒸发至冒白烟。将溶液喷入空气-乙炔火焰,用钴空心阴极灯作光源,于原子吸收光谱仪波长 240.7 nm 处,进行原子吸收光谱测量。

4 试剂

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和 GB/T 6682 所规定的二级水。

4.1 纯铁,钴含量(质量分数)小于 0.000 3%。

4.2 纯镍,钴含量(质量分数)小于 0.000 3%。

4.3 盐酸, ρ 约 1.19 g/mL。

4.4 硝酸, ρ 约 1.42 g/mL。

4.5 高氯酸, ρ 约 1.67 g/mL。

4.6 钴标准溶液

4.6.1 钴贮备液 A, 每升相当于 1.0 g 钴。称取 1.000 g 金属钴[纯度>99.9%(质量分数)], 精确至 0.1 mg, 置于 250 mL 烧杯中, 加 15 mL 水, 15 mL 硝酸(4.4), 盖上表面皿, 缓慢加热, 直到完全分解, 煮沸除去氮氧化物。冷却至室温, 将溶液定量移入 1 000 mL 单标线容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此标准溶液 1 mL 含 1.00 mg 钴。

4.6.2 钴标准溶液 B, 每升相当于 0.200 g 钴。移取 20.00 mL 贮备液(4.6.1)于 100 mL 单标线容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此标准溶液 1 mL 含 0.200 mg 钴。

4.6.3 钴标准溶液 C, 每升相当于 0.080 g 钴。移取 8.00 mL 贮备液(4.6.1)于 100 mL 单标线容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

用前配制。此标准溶液 1 mL 含 0.080 mg 钴。

5 仪器

所有玻璃量器均应符合 GB/T 12805、GB/T 12806 或 GB/T 12808 规定的 A 级。

5.1 原子吸收光谱仪, 配备钴空心阴极灯, 供给的空气-乙炔气体要足够纯净, 不含水、油以及钴, 以提供稳定清澈的贫燃火焰。

原子吸收光谱仪按照 7.3.4 优化后, 检出限和特征浓度应与仪器制造商提供的参数一致, 并满足 5.1.1~5.1.3 中的精密度指标。

仪器还应达到 5.1.4 给出的附加性能要求。

5.1.1 最低精密度(见 A.1)

用最高浓度的校准溶液, 测量 10 次吸光度, 计算其标准偏差, 此标准偏差不得超过此溶液吸光度平均值的 1.5%。

用最低浓度校准溶液(不是零校准溶液), 测量 10 次吸光度, 计算其标准偏差, 此标准偏差不得超过最高浓度校准溶液吸光度平均值的 0.5%。

5.1.2 检出限(见 A.2)

检出限定义为浓度水平略高于零校准溶液的溶液的分析元素的 10 次吸光度测量值的标准偏差的 2 倍。

在与最终试料溶液基体相似的溶液中, 对波长 240.7 nm, 钴的检出限应小于 0.05 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.1.3 校准曲线的线性(见 A.3)

用同样的方法测定时, 校准曲线上部 20% 浓度范围的斜率值(表示为吸光度的变化)与下部 20% 浓度范围的斜率值之比应不小于 0.7。

对于用 2 个或更多标准样品自动校准的仪器, 应在分析之前, 用获得的吸光度读数建立曲线线性满足上述要求的校准曲线。

5.1.4 特征浓度(见 A.4)

在与最终试料溶液基体相似的溶液中, 对波长 240.7 nm, 钴的特征浓度应当小于 0.3 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.2 辅助装置

建议使用合适的记录仪或数字读数装置来评价 5.1.1~5.1.3 中的指标和进行以后的测量。

可放大刻度,直到观察到的噪声大于读数误差,并推荐吸光度低于 0.1。如果不得不用到刻度放大,而又无法读取放大倍数时,可用下述方法得到放大倍数:分别在使用和不使用刻度放大的情况下测量合适溶液的吸光度,计算所测信号之比。

为了减少 FeO 分子吸收带对钴的干扰,分析高合金钢时,建议采用配有氘灯的背景校正器。

6 制样

根据 GB/T 20066 或适当的钢铁国家标准进行制样。

7 分析步骤

警告:通常在有氨、亚硝酸烟雾或有机物存在时,冒高氯酸烟可能会引起爆炸。

7.1 试料

根据钴含量,称取试料量如下:

- 钴含量(质量分数)小于 2.0%时,称取约 1.0 g 试料,精确至 0.001 g。
- 钴含量(质量分数)为 2.0%~5.0%时,称取约 0.50 g 试料,精确至 0.000 5 g。

7.2 空白试验

按照相同的步骤,随同试料做空白试验。对每个含量范围(见 7.1)使用相同的试剂,包括纯铁(4.1)的使用量也应相同,但不含试料。

7.3 测定

7.3.1 试液的制备

7.3.1.1 试料溶解

将试料(7.1)置于 250 mL 烧杯,加入 10 mL 盐酸(4.3),4 mL 硝酸(4.4),盖上表面皿,低温加热溶解到反应停止。加入 10 mL 高氯酸(4.5),高温加热,直至高氯酸烟在烧杯壁上形成稳定的回流。

冷却,加入 30 mL 水,微热溶解盐类,再次冷却,定量移入 100 mL 单标线容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

用中速滤纸干过滤,滤掉残渣或沉淀,如石墨碳、硅酸、或钨酸,弃去最初的部分后,将滤液收集在干燥的烧杯中。

7.3.1.2 试液的稀释

根据试料中钴的含量,按下列 a)~d)准备试液。

- 钴含量(质量分数)在 0.08%以下,用滤液(见 7.3.1.1),不稀释。
- 钴含量(质量分数)在 0.08%~0.40%(质量分数),按下述方法稀释滤液。
移取 20.00 mL 滤液于 100 mL 的单标线容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀(见注 1)。
- 钴含量(质量分数)在 0.40%~2.0%,按下述方法稀释滤液。
移取 10.00 mL 滤液于 250 mL 的单标线容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀(见注 1)。
- 钴含量(质量分数)在 2.0%~5.0%,按下述方法稀释滤液。
移取 5.00 mL 滤液于 250 mL 的单标线容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀(见注 1)。

注 1: 如果试液应稀释,相应的空白也应同样的方式稀释。

7.3.2 校准溶液的制备

7.3.2.1 钴含量(质量分数)在 0.08% 以下

将 (1.00 ± 0.001) g 纯铁(4.1)分别加入 6 个 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.3),5 mL 硝酸(4.4),盖上表面皿,低温加热溶解到反应停止。冷却,按表 1 用滴定管分别加入钴标准溶液 C(4.6.3)。

按 7.3.1.1 规定的步骤从“加 10 mL 高氯酸(4.5)……”(省略过滤步骤)到 7.3.1.2 的 a)。

表 1 钴含量在 0.08%(质量分数)以下的校准溶液

钴标准溶液 C(4.6.3)体积 mL	相当于最终试液中钴的浓度 $\mu\text{g/mL}$	相当于试样中的钴含量(质量分数) %
0 ^a	0	0
2.00	1.6	0.016
4.00	3.2	0.032
6.00	4.8	0.048
8.00	6.4	0.064
10.00	8.0	0.080
^a 零校准溶液。		

7.3.2.2 钴含量(质量分数)为 0.08%~0.40%

将 $1.00 \text{ g} \pm 0.001 \text{ g}$ 纯铁(4.1)分别加入 6 个 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.3),5 mL 硝酸(4.4),盖上表面皿,低温加热溶解到反应停止。冷却,按表 2 用滴定管分别加入钴标准溶液 B(4.6.2)。

按 7.3.1.1 规定的步骤从“加 10 mL 高氯酸(4.5)……”(省略过滤步骤)到 7.3.1.2 的 b)。

表 2 钴含量(质量分数)在 0.08%~0.40%的校准溶液

钴标准溶液 B(4.6.2)体积 mL	相当于最终试液中钴的浓度 $\mu\text{g/mL}$	相当于试样中的钴含量(质量分数) %
0 ^a	0	0
4.00	1.6	0.080
8.00	3.2	0.160
12.00	4.8	0.240
16.00	6.4	0.320
20.00	8.0	0.400
^a 零校准溶液。		

7.3.2.3 钴含量(质量分数)为 0.40%~2.0%

将 (1.00 ± 0.001) g 纯铁(4.1)分别加入 6 个 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.3),5 mL 硝酸(4.4),盖上表面皿,低温加热溶解到反应停止。冷却,按表 3 用滴定管分别加入钴贮备液 A(4.6.1)。

按 7.3.1.1 规定的步骤从“加 10 mL 高氯酸(4.5)……”(省略过滤步骤)到 7.3.1.2 的 c)。

表 3 钴含量(质量分数)在 0.40%~2.0%的校准溶液

钴贮备液 A(4.6.1)体积 mL	相当于最终试液中钴的浓度 μg/mL	相当于试样中的钴含量(质量分数) %
0 ^a	0	0
4.00	1.6	0.40
8.00	3.2	0.80
12.00	4.8	1.20
16.00	6.4	1.60
20.00	8.0	2.00
^a 零校准溶液。		

7.3.2.4 钴含量(质量分数)为 2.0%~5.0%

将(0.50±0.000 1)g 纯铁(4.1)分别加入 6 个 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(4.3),5mL 硝酸(4.4),盖上表面皿,低温加热溶解到反应停止。冷却,按表 4 用滴定管分别加入钴贮备液 A(4.6.1)。

按 7.3.1.1 规定的步骤从“加 10 mL 高氯酸(4.5)……”(省略过滤步骤)到 7.3.1.2 的 d)。

表 4 钴含量(质量分数)在 2.0%~5.0%的校准溶液

钴贮备液 A(4.6.1)体积 mL	相当于最终试液中钴的浓度 μg/mL	相当于试样中的钴含量(质量分数) %
0 ^a	0	0
5.00	1.0	1.00
10.00	2.0	2.00
15.00	3.0	3.00
20.00	4.0	4.00
25.00	5.0	5.00
^a 零校准溶液。		

7.3.3 原子吸收光谱仪的调整

仪器的调整见表 5。

表 5 仪器的调整

要素	特性
灯的类型	钴空心阴极灯
波长	240.7 nm
火焰	具有最大钴响应的空气-乙炔贫燃火焰
灯电流	按照制造厂家的建议
带宽	按照制造厂家的建议
警告:应严格按照制造厂家的建议,尤其应注意以下安全要点: a) 乙炔具有爆炸性,使用时应时常关注; b) 需戴有色眼镜保护操作者眼睛不受紫外辐射的伤害; c) 应保持燃烧头清洁,不结盐,燃烧头堵塞可能会导致回火; d) 应保证液体阱中充满水; e) 在喷入试液、空白溶液和/或校准溶液之间,应喷入水。	

7.3.4 原子吸收装置的最优化

按照仪器制造厂家的说明书准备仪器。

调节灯电流、波长、气体流量,点燃火焰,喷入水,直到装置显示已达到稳定状态。

用水调节吸光度为零。

选择衰减设定或积分时间,使仪器信号足够稳定,达到 5.1.1~5.1.3 中的指标。

将火焰调整为贫燃,将燃烧头高度调整在光路以下 10 mm 处,交替喷入最高浓度校准溶液和零校准溶液。调节气体流量和燃烧头位置(水平、垂直和旋转),直至校准溶液之间的吸光度之差达到最大值。检查光谱仪,使光谱仪设定在要求波长的准确位置。

合金元素(尤其是镍和铬)的存在可能在火焰中产生化学干扰,为避免这种干扰,应按照预试验结果调整火焰条件。预试验步骤如下:

按 7.3.2.1 的方法制备钴含量(质量分数)不大于 0.08% 的系列校准溶液,但是,用 0.700 g 纯铁(4.1)和 0.300 g 纯镍(4.2)代替 1.00 g $\pm$ 0.001 g 纯铁(4.1)。

记录每个钴含量得到相同吸光值的流速,并计算平均流速。此流速应用于光谱测量中。

评价 5.1.1~5.1.3 指标,以及附加特性要求 5.1.4,保证仪器适用于钴的测定。

7.3.5 光谱测量

设置刻度放大,使最高浓度校准溶液的吸光度接近满刻度。按照 5.1.1 给出的精密度规定,仪器达到稳定后,选取两个校准溶液,一个略低于试液的吸光度,另一个略高于试液的吸光度,先按浓度递增顺序,然后按递减顺序喷入校准溶液,试液夹在中间测量,每次均测量相对于水的吸光度。再按递增和递减顺序测量校准范围内的所有校准溶液,包括零校准溶液,最后将校准溶液递增与递减吸光度的平均值用于绘制校准曲线。

应当指出,这些步骤不适用于只用两个校准溶液的自动原子吸收光谱仪,在这种情况下,建议不要将两个“夹层”溶液用于绘制校准曲线,而应与试液交替分析。

在成批样品的测定过程中,过一段时间就喷一下校准溶液。如果结果显示因堵塞而导致精度降低,应清理燃烧头。

得到各校准溶液的平均吸光度。

得到试液和空白溶液的平均吸光度。

注 2: 测量结束后,应喷水除去残留的高氯酸盐(见 7 中警告)。

7.4 校准曲线的绘制

对于每个测量系列和待测钴含量范围,都需要制作新的校准曲线。

如果零校准溶液有显著的吸收,则需要按式(1)计算零校准溶液中钴的浓度:

$$\rho_{Co,z} = \rho_{Co,Cl} \times \frac{A_z}{A_{Co,Cl} - A_z} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\rho_{Co,Cl}$ ——加到第一份校准溶液的钴浓度, $\mu\text{g/mL}$;

A_z ——零校准溶液的吸光度;

$A_{Co,Cl}$ ——第一份校准溶液的吸光度。

将计算出的 ρ 值加到各校准浓度中去,使校准曲线通过坐标原点。

以每个校准溶液的平均吸光度值对钴含量($\mu\text{g/mL}$)作图,建立校准曲线。

8 结果表示

8.1 计算方法

用校准曲线(7.4)将试液和空白试液的吸光度转换成钴含量,以 $\mu\text{g/mL}$ 计。

按下式计算钴含量 w_{Co} ,以质量分数表示:

$$w_{\text{Co}} = \frac{(\rho_{\text{Co},1} - \rho_{\text{Co},0}) \times 100}{10^6} \times \frac{100}{m} \times D$$

$$= \frac{(\rho_{\text{Co},1} - \rho_{\text{Co},0}) \times D}{10^2 m} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\rho_{\text{Co},0}$ ——空白试验(7.2)中的钴浓度, $\mu\text{g/mL}$;

$\rho_{\text{Co},1}$ ——试液(7.3.1)中的钴浓度, $\mu\text{g/mL}$;

m ——试料量, g;

D ——稀释因子:

$D=1$ 用于钴含量(质量分数)低于 0.08%;

$D=5$ 用于钴含量(质量分数)在 0.08%~0.40%;

$D=25$ 用于钴含量(质量分数)在 0.40%~2.0%;

$D=50$ 用于钴含量(质量分数)在 2.0%~5.0%。

8.2 精密度

本部分精密度试验是由在 13 个实验室对 13 个水平的钴含量进行测定,每个实验室对每个水平钴含量测定 3 次(见注 3 和注 4)。

注 3: 三次测定中的两次是在 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下进行的,即由同一实验员、用同一仪器、相同的实验条件、同一校准,在最短的时间内进行测定。

注 4: 第三次测定由注 3 中的实验员,用同一台仪器,在不同的时间(不同天),用新的校准进行。

所用试样的详细信息和得到的平均结果列于 B.1 和 B.2。

根据 GB/T 6379.1、GB/T 6379.2 和 ISO 5725.3,对得到的结果进行统计处理。

结果表明,钴含量与试验结果(见注 5)的重复性限(r)和再现性限(R 和 R_w)间呈对数关系,汇总于表 6,数据图示由图 C.1 给出。

注 5: 由第一天所得结果,按 GB/T 6379.2 规定的方法计算重复性限(r)和再现性界限(R)。由第一天所得的第一个结果和第二天所得的结果,按 ISO 5725-3 规定的方法计算实验室内的再现性限(R_w)。

表 6 精密度

钴含量(质量分数)/%	重复性限 r	再现性限	
		R	R_w
0.003	0.000 19	0.000 58	0.000 43
0.005	0.000 28	0.000 87	0.000 65
0.010	0.000 50	0.001 5	0.001 1
0.020	0.000 88	0.002 6	0.001 9
0.050	0.001 9	0.005 4	0.004 0
0.100	0.003 3	0.009 3	0.006 9

表 6 (续)

钴含量(质量分数)/%	重复性限 r	再现性限	
		R	R_w
0.20	0.005 8	0.016	0.012
0.50	0.012	0.033	0.024
1.00	0.022	0.057	0.042
2.00	0.038	0.099	0.073
5.00	0.081	0.204	0.150

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 鉴别样品、实验室和分析日期所需的所有资料;
- 引用本部分所用的方法;
- 结果及其表达形式;
- 测定中观察到的异常现象;
- 任何本部分中未规定的操作,或任何可能影响结果的操作。

附录 A
(规范性附录)
仪器指标的测量步骤

要建立火焰原子吸收光谱分析标准方法,应由工作组根据实验室间测量结果确定仪器指标的数值。

A.1 最低精密度的测定

测量 10 次最高浓度校准溶液,得到 10 个吸光度读数 A_{Ai} ,并计算平均值 $\bar{A}_A$ 。

测量 10 次最低浓度校准溶液(不包括零浓度),得到 10 个吸光度读数 A_{Bi} ,并计算平均值 $\bar{A}_B$ 。

最高和最低浓度校准溶液测量值的标准偏差 s_A 和 s_B 分别由式(A.1)、式(A.2)得出:

$$s_A = \sqrt{\frac{\sum (A_{Ai} - \bar{A}_A)^2}{9}} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

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

最高和最低浓度校准溶液的最低精度分别为 $s_A \times 100 / \bar{A}_A$ 和 $s_B \times 100 / \bar{A}_B$ 。

A.2 检出限的测定, $\rho_{Co, min}$

制取 2 份与样品溶液基体一致的溶液,但是,测定元素的浓度为下述已知浓度:

—— ρ_{Co} ($\mu\text{g/mL}$) 的溶液所产生的吸光度 A' 约为 0.01;

——基体空白溶液的吸光度为 A_0 。

测量 ρ_{Co} 溶液和空白溶液各 10 次,每次读数时间约为 10 s,应使用足够大的标尺,以便能清楚地看到信号波动。得到吸光度平均值 $\bar{A}'$ 和 $\bar{A}_0$ 。

用式(A.3)计算标准偏差 $s_{A'}$:

$$s_{A'} = \sqrt{\frac{\sum (A'_i - \bar{A}')^2}{9}} \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

A'_i ——单次测量吸光度读数;

$\bar{A}'$ —— A'_i 的平均值。

由式(A.4)计算检出限 $\rho_{Co, min}$:

$$\rho_{Co, min} = \frac{\rho_{Co} \times s_{A'} \times k}{\bar{A}' - \bar{A}_0} \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

(k 通常取 2)

A.3 校准曲线线性判据

对绘制的校准曲线(见图 A.1)进行任何校直处理之前,得到校准浓度范围上端 20% 的净吸光度值 A_A ,以及校准浓度范围下端 20% 的净吸光度值 A_B ,计算 A_A/A_B ,该值应不小于 0.7。

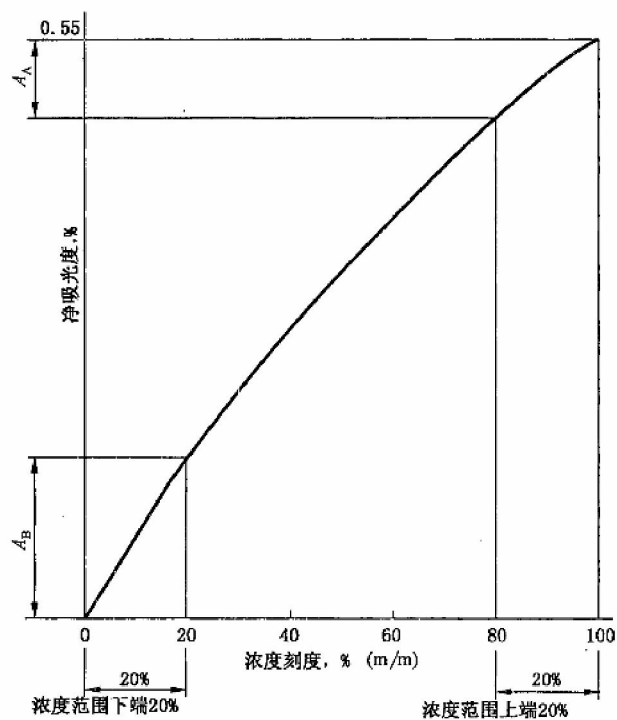


图 A.1 校准曲线

A.4 特征浓度的测定, $\rho_{Co,k}$

制备 1 份与样品溶液基体一致的溶液,但是,被测元素的浓度为下述已知浓度:

ρ_{Co} ($\mu\text{g/mL}$) 溶液所产生的吸光度 A 约为 0.1。

在不放大标尺的条件下,测量 ρ_{Co} 溶液与空白溶液,分别得到吸光度 A 和 A_0 ,由式(A.5)计算特征浓度 $\rho_{Co,k}$:

$$\rho_{Co,k} = \frac{\rho_{Co} \times 0.0044}{A - A_0} \quad \dots\dots\dots (\text{A.5})$$

附 录 B
(资料性附录)
国际合作试验附加资料

1993年由8个国家的13个实验室对11个钢样和2个铸铁样进行国际合作分析试验结果得到表6。

试验结果在1994年3月ISO/TC 17/SC 1 N 1021文件报出,见表B.2。精密度数据的图示见附录C。

所用试样列于表B.1。

表 B.1 国际合作试验所用样品

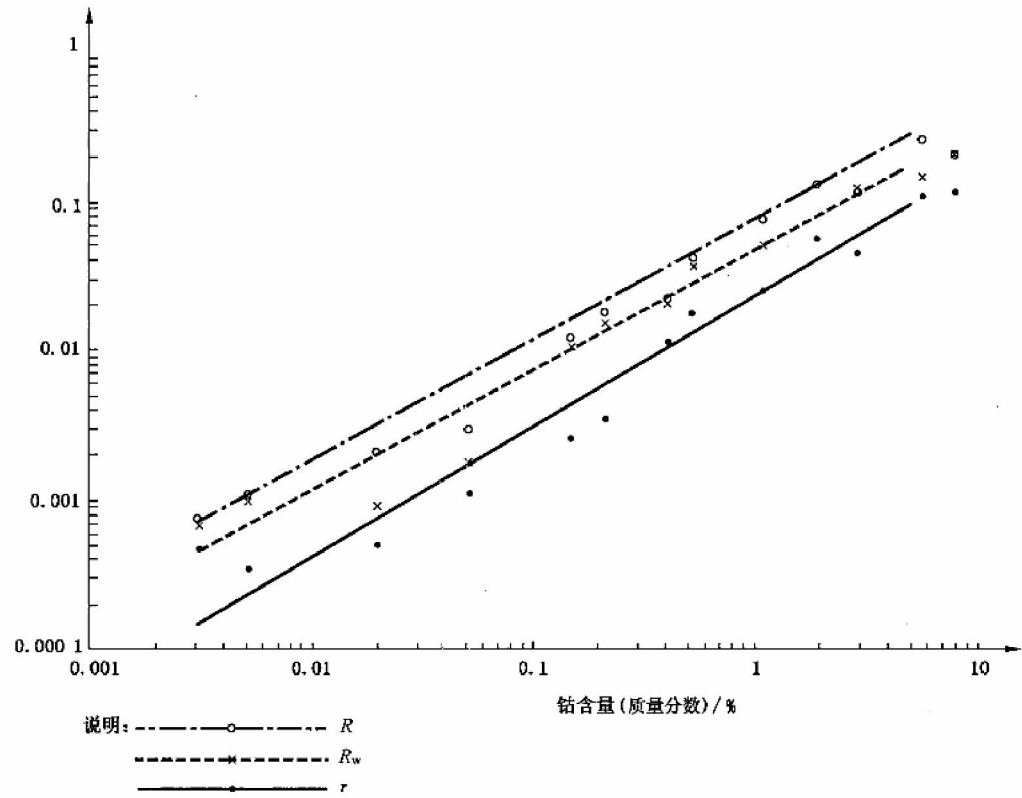
样品	化学成分(质量分数)/%						
	Co	C	Si	Mn	Ni	Cr	其他
JSS 002-2 (纯铁)	0.002 9	< 0.01	< 0.01	痕量	痕量	痕量	
CMSI 1527 (铸铁)	0.005 0	3.66	2.52	0.71			
CMSI 1529 (铸铁)	0.020	3.58	2.72	0.50			
JSS 172-5 (低碳钢)	0.052	0.05					Nb 0.054
BCS 287-1 (不锈钢)	0.148	0.02	0.57	1.48	10.35	18.61	Mo 0.25 B 0.9
BCS 475 (不锈钢)	0.22	0.05	0.21	0.89	5.66	14.14	Mo 1.6 Cu 1.9
BCS 494 (锰钢)	0.43 ^a	1.24	0.26	13.55	0.69	0.56	Cu 0.4
JSS 611-9 (工具钢)	0.53	0.87	0.33	0.30	0.12	4.09	Mo 4.9 W 6.2
ARMCO A-32 (不锈钢)	1.09 ^a	0.04	0.48	1.67	12	17	Mo 2.3
BCS 483 (高合金钢)	1.94	0.67	0.11	0.29		3.21	W 10.8
DAIDO (高合金钢)	3.0 ^a	0.01		0.21	0.04	14.2	Mo 6.0
ECRM 251-1 (高合金钢)	5.70	0.84	0.21	0.27	0.15	5.35	W 19.9
BCS 487-1 (高合金钢)	7.95	1.02	0.18	0.26	0.14	3.91	W 1.8 Mo 9.4
^a 非标准值。							

表 B.2 国际合作试验所得结果

试样	钴含量(质量分数)/%			精密度数据		
	认可值	测定值		重复性值 r	再现性值	
		$\overline{w_{Co,1}}$	$\overline{w_{Co,2}}$		R	R_w
JSS002-2 (纯铁)	0.002 9	0.003 11	0.003 03	0.000 47	0.000 75	0.000 69
CMSI1527 (铸铁)	0.005 0	0.005 13	0.005 04	0.00 034	0.001 08	0.000 94
CMSI1529 (铸铁)	0.020	0.019 7	0.019 7	0.000 50	0.002 10	0.000 94
JSS172-5 (低碳钢)	0.052	0.052 3	0.052 3	0.001 1	0.003 1	0.001 8
BCS287-1 (不锈钢)	0.148	0.152	0.153	0.002 7	0.012 3	0.010 6
BCS475 (不锈钢)	0.22	0.216	0.216	0.003 6	0.017 8	0.015 4
BCS494 (锰钢)	0.43 ^a	0.406	0.407	0.012 1	0.023 3	0.020 6
JSS611-9 (工具钢)	0.53	0.533	0.536	0.018 1	0.042 9	0.036 7
ARMCO A-32 (不锈钢)	1.09 ^a	1.108	1.104	0.025 6	0.077 6	0.052 7
BCS483 (高合金钢)	1.94	1.94	1.93	0.057 9	0.135	0.058 0
DAIDO (高合金钢)	3.0 ^a	2.98	2.99	0.048 8	0.121	0.123
ECRM251-1 (高合金钢)	5.70	5.75	5.74	0.113	0.272	0.151
BCS 437-1 (高合金钢)	7.95	7.95	7.95	0.121	0.219	0.224
$\overline{w_{Co,1}}$ 为同一天测定数据的平均值。						
$\overline{w_{Co,2}}$ 为不同天测定数据的平均值。						
^a 非标准值。						

附 录 C
(资料性附录)
精密度数据图示

图 C.1 表明,钴含量与试验结果(见注 5)的重复性限(r)和再现性限(R 和 R_w)间呈对数关系。



$\lg r = 0.820\ 2 \lg \bar{w}_{Co,1} - 1.663\ 8$

$\lg R_w = 0.787\ 3 \lg \bar{w}_{Co,2} - 1.374\ 9$

$\lg R = 0.790\ 0 \lg \bar{w}_{Co,1} - 1.243\ 0$

式中: $\bar{w}_{Co,1}$ ——同一天所得钴含量(质量分数)的平均值,单位为百分数(%);

$\bar{w}_{Co,2}$ ——不同天所得钴含量(质量分数)的平均值,单位为百分数(%)。

图 C.1 钴含量(w_{Co})与重复性限(r)及再现性限(R 和 R_w)间的对数关系

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钢铁及合金 钴含量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 223.65—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

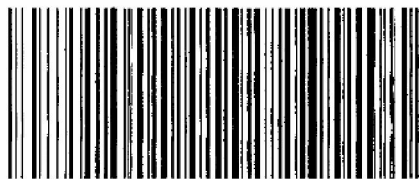
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 27 千字
2013 年 6 月第一版 2013 年 6 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47166 定价 21.00 元



GB/T 223.65-2012

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107