



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

РУДИ ЗАЛІЗНІ

Визначення фосфору
титрометричним методом
(ISO 2599:2003, IDT)

ДСТУ ISO 2599:2006

Видання офіційне

БЗ № 2–2006/95

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2006

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технічний комітет зі стандартизації «Руди залізні, марганцеві і хромові» ТК 147/ТК 9 (Центр Стандартрудсепро)

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: **Т. Железна** (керівник розробки), **Л. Зінченко**, **О. Макарова**, **Т. Павленок**, **В. Рибалка**, **А. Рилькова**, канд. хім. наук, **І. Чернятьєва**

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 6 квітня 2006 р. № 107 з 2007–07–01

3 Національний стандарт відповідає ISO 2599:2003 Iron ores — Determination of phosphorus content — Titrimetric method (Руди залізні. Визначення фосфору. Титриметричний метод)

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, 2006

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	3
7 Методика аналізування	4
8 Опрацювання результатів	6
9 Протокол випробовування	8
Додаток А Схема методики вибирання аналітичних значень для випробних проб	9
Додаток В Виведення рівнянь за відтворністю та допустимими відхилами	10
Додаток С Інформація про похибки, отримані під час міжнародних аналітичних випробовувань	11
Додаток НА Бібліографія	12

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 2599:2003 Iron ores — Determination of phosphorus content — Titrimetric method (Руди залізни. Визначення фосфору. Титриметричний метод).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 147/ТК 9 (Центр Стандарттрудсепро). Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству України.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- вилучено довідковий матеріал «Вступ»;
- назву стандарту змінено на: «Руди залізни. Визначення фосфору титриметричним методом»;
- слова «цей міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;
- структурні елементи стандарту: «Обкладинку», «Передмову», «Національний вступ» та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;
- у цьому стандарті наскрізна нумерація формул;
- одиниці об'єму «мл», «л» замінено на «см³», «дм³» відповідно;
- у тексті стандарту подано «Національні пояснення», виділені у тексті рамкою;
- долучено додаток НА «Бібліографія».

ISO 3082:2000 в Україні буде впроваджено як ДСТУ ISO 3082:2006.

Копії міжнародних стандартів, на які є посилання у цьому стандарті, можна замовити у Головному фонді нормативних документів ДП «УкрНДНЦ».

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

РУДИ ЗАЛІЗНІ

**Визначення фосфору
титрометричним методом**

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ

**Определение фосфора
титрометрическим методом**

IRON ORES

**Determination of phosphorus content
titrimetric method**

Чинний від 2007-07-01

ЗАСТОРОГА! У стандарті використовують небезпечні матеріали, дії, обладнання. Цей стандарт не передбачає регламентувати проблеми безпеки, пов'язані з його застосуванням. Це є відповідальністю користувачів цього стандарту, які на практиці повинні створювати відповідну санітарію та безпеку, і визначати заходи безпеки під час використання.

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює титрометричний метод визначання масової частки фосфору у залізних рудах із застосуванням гептамолібдату гексаамонію (молібдату амонію).

Метод поширюється на природні залізні руди, залізородні концентрати та агломерати, а також продукти спікання, із масовою часткою фосфору від 0,10 % (за масою) до 5,0 % (за масою)¹⁾.

Цей стандарт установлює метод контролювання якості для визначання фосфору титруванням, однак метод не використовують для арбітражних цілей.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

Наведені нижче нормативні документи містять положення, які через посилання в цьому тексті становлять положення цього стандарту. На час опублікування цього стандарту зазначені нормативні документи були чинні.

Усі нормативні документи підлягають перегляду, й учасників угод, базованих на цьому стандарті, запрошують визначити можливість застосування найновіших видань нормативних документів, наведених нижче. Члени IEC та ISO впорядковують каталоги чинних міжнародних стандартів.

ISO 648:1977 Laboratory glassware — One-mark pipettes

ISO 1042:1998 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks

ISO 3082:2000 Iron ores — Sampling and sample preparation procedures

¹⁾ Цей метод випробувано на міжнародних пробах, масова частка фосфору в яких складає від 0,03 % (за масою) до 1,50 % (за масою).

ISO 3696:1987 Water for analytical laboratory use — Specification and test methods
ISO 7764:1985 Iron ores — Preparation of predried test samples for chemical analysis.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 648:1977 Лабораторний скляний посуд. Піпетки з однією позначкою

ISO 1042:1998 Лабораторний скляний посуд. Мірні колби із однією позначкою

ISO 3082:2000 Руди залізни. Методи відбирання і готування проб

ISO 3696:1987 Вода для застосовування в аналітичних лабораторіях. Технічні вимоги і методи випробовування

ISO 7764:1985 Руди залізни. Готування попередньо висушених випробних проб для хімічного аналізування.

3 СУТЬ МЕТОДУ

Розкладають наважку оброблянням із хлороводновою, азотною та хлорною кислотами. Нерозчинний залишок відділяють фільтруванням і фільтрат зберігають як основний розчин.

Залишок озольють, обробляють його сірчаною і фтороводновою кислотами з метою вилучення діоксиду кремнію, сплавляють із карбонатом натрію і розчиняють плав у воді. Лужний розчин фільтрують і залишок відкидають.

У фільтрат лужного розчину, підкисленого хлороводновою кислотою, додають хлорне залізо (III) та виділяють фосфор методом осаджування розчином аміаку. Розчиняють відстій у хлороводневій кислоті та приєднують до основного розчину. До розчину доливають бромоводневу кислоту і випарюють до парів хлорної кислоти для відгонки миш'яку. Солі розчиняють у воді та розчин або аліквоту нейтралізують розчином аміаку, а кислотність регулюють, використовуючи азотну кислоту. Розчин охолоджують до 20 °С і відновлюють ванадій сірчаноокислим залізом (II). Молібдат амонію додають до холодного розчину та відділяють фільтруванням жовтого відстою фосфомолібдатом амонію.

Осад промивають від вільної кислоти і розчиняють у слабкому надлишку гідроксиду натрію, надлишок титрують з азотною кислотою.

Для наважок, що містять більше ніж 18 мг титану, застосовують інший метод (див. 7.4.1.2).

4 РЕАКТИВИ

Під час аналізування використовують реактиви лише відповідної аналітичної чистоти і лише воду, відповідну класу 2 ISO 3696.

4.1 Нітрат амонію (NH_4NO_3).

4.2 Натрію карбонат (Na_2CO_3) безводний.

4.3 Кислота хлороводнева густиною від 1,16 г/см³ до 1,19 г/см³.

4.4 Кислота хлороводнева густиною від 1,16 г/см³ до 1,19 г/см³, розведена 1:1.

4.5 Кислота азотна густиною 1,42 г/см³.

4.6 Кислота азотна густиною 1,42 г/см³, розведена 1:50.

4.7 Кислота азотна густиною 1,42 г/см³, розведена 1:5000.

4.8 Кислота сірчана густиною 1,84 г/см³.

4.9 Кислота сірчана густиною 1,84 г/см³, розведена 1:1.

4.10 Кислота хлорна густиною 1,54 г/см³, розчин 60 % (за масою) або густиною 1,67 г/см³, розчин 70 % (за масою).

4.11 Кислота фтороводнева густиною 1,13 г/см³, розчин 40 % (за масою).

4.12 Кислота бромоводнева густиною 1,38 г/см³, розчин 40 % (за масою) або густиною 1,48 г/см³, розчин 47 % (за масою).

4.13 Розчин амонію густиною 0,9 г/см³.

4.14 Пероксид водню, розчин 30 % (за масою), вільний від стабілізатора фосфату.

4.15 Нітрат калію, розчин 10 г/дм³.

4.16 Молібдат амонію, розчин.

40 г значно подрібнених кристалів тетрагідрату молібдату амонію $[(\text{NH}_4)_6 \cdot \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ розчиняють у 300 см³ гарячої води та 80 см³ аміачного розчину (4.13). Розчин охолоджують і додають цей розчин невеликими порціями до 600 см³ азотної кислоти 1:1 із постійним перемішуванням. Додають декілька міліграмів біфосфату натрію або біфосфату амонію і відстоюють розчин принаймні 2 дні. Перед використанням розчин фільтрують.

4.17 Залізо (III) хлорид, розчин, який містить 3 г у Fe/дм³.

0,3 г чистого заліза, що містить мінімально можливу кількість фосфору, розчиняють обробленням із хлороводневою кислотою (4.3), додають декілька крапель азотної кислоти (4.5) для окиснення заліза і кип'ятять суміш до вилучення хлору.

Розчин охолоджують і розводять до 100 см³ водою.

4.18 Залізо (III) сульфат, розчин 100 г/дм³.

100 г гептагідрату сульфату заліза (II) $(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})$ розчиняють в 1 дм³ сірчаної кислоти (1:19).

4.19 Вода, що не містить CO₂.

Дистильовану або деіонізовану воду кип'ятять у конічній колбі впродовж 5 хв для вилучення діоксиду вуглецю. Воду охолоджують, застерігаючи від проникання навіть найменших слідів діоксиду вуглецю.

4.20 Натрію гідроксид, стандартний титрований розчин із $c(\text{NaOH}) = 0,2$ моль/дм³.

8 г гідроксиду натрію розчиняють у 1 дм³ свіжоскип'яченої та охолодженої води (4.19). Встановлюють титр розчину, використовуючи або амідосірчану кислоту (сульфамінова кислота), або біфталат калію.

Сушать або біфталат калію, або сульфамінову кислоту за температури 105 °C протягом 1 год і зважують із точністю до 0,001 г або 1 г біфталату калію, або 0,5 г сульфамінової кислоти. Розчиняють одну з цих речовин у 50 см³ води, що не містить CO₂ (4.19), і відтитровують розчином гідроксиду натрію (4.20) у присутності індикатора — розчину фенолфталеїну (4.22).

4.21 Кислота азотна, стандартний титрований розчин, із $c(\text{HNO}_3) = 0,2$ моль/дм³.

13 см³ кислоти азотної (4.5) розводять до 1 дм³ водою.

Концентрацію розчину встановлюють так: беруть точно 25 см³ стандартного титрованого розчину гідроксиду натрію (4.20) і титрують розчином кислоти азотної, використовуючи індикатор — розчин фенолфталеїну (4.22).

4.22 3,3-біс (4-гідроксифеніл) фталід (фенолфталеїн), розчин 0,1 г/100 см³.

0,1 г порошкоподібного фенолфталеїну розчиняють у 90 см³ етанолу, (95 % за об'ємом) і розводять до 100 см³ водою.

5 АПАРАТУРА

Звичайне лабораторне обладнання, у тому числі піпетки з однією позначкою і мірні колби з однією позначкою згідно з ISO 648 або ISO 1042.

Національне доповнення

Дозволено застосовувати прилади лабораторні скляні згідно з ГОСТ 29169 та ГОСТ 29227.

6 ВІДБИРАННЯ ТА ГОТУВАННЯ ПРОБ

6.1 Лабораторна проба

Для аналізування використовують лабораторну пробу крупністю мінус 100 мкм, відібрану

і приготовану згідно з ISO 3082. У разі вмісту в рудах значних кількостей зв'язаної води або сполук, що окиснюються, використовують пробу крупністю мінус 160 мкм.

Примітка 1. Настановою щодо значного вмісту зв'язаної води і сполук, що окиснюються, може бути ISO 7764.

6.2 Готування попередньо висушених випробних проб

Лабораторну пробу ретельно перемішують і, відібравши багаторазово точкові проби, готують випробну пробу, представницьку для усієї маси матеріалу в контейнері. Випробну пробу сушать за температури $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$ згідно з ISO 7764. (Це — попередньо висушена випробна проба).

7 МЕТОДИКА АНАЛІЗУВАННЯ

7.1 Кількість визначень

Аналізують принаймні два незалежні визначання для однієї попередньо висушеної випробної проби, відповідно до схеми, наведеної у додатку А.

Примітка 2. Вираз «незалежні» означає, що другий і будь-які подальші результати не впливають на попередній результат(и). Для цього аналітичного методу ця умова означає, що повторне визначання виконує або той самий лаборант в інший час, або інший лаборант за відповідного перекалібрування в кожному випадку.

7.2 Наважка

Від попередньо висушеної випробної проби (6.2) відбирають декілька точкових проб, зважують масу, встановлену в таблиці 1, із точністю до 0,0002 г.

Примітка 3. Із метою унеможливлення реабсорбування вологи наважку треба відбирати і зважувати швидко.

Таблиця 1 — Маса наважки

	Масова частка фосфору, %	Маса наважки, г	Об'єм аликвоти наважки, см ³	Об'єм розчину молібденовокислого амонію (4.16), см ³
Від	0,1 до 0,5 включ.	1,0	Увесь розчин	50
Понад	0,5 » 2,5 »	0,5	Увесь розчин	100
»	2,5 » 5,0 »	0,5	100/250	100

7.3 Контрольний дослід і перевіряльне випробування

Через усі стадії, паралельно з аналізуванням проби(-б) руди, проводять один контрольний дослід та аналізують сертифікований зразок того самого виду руди за тих самих умов. Попередньо висушену випробну пробу сертифікованого еталонного зразка готують відповідно до 6.2.

Примітка 4. Сертифікований еталонний зразок повинен бути того самого виду руди, що і проба, яку аналізують, і властивості цих матеріалів повинні бути досить близькі, щоб неминучі зміни методики аналізування в будь-якому випадку були незначні. Якщо сертифікований еталонний зразок не одержують, може бути використаний еталонний зразок (див. 8.2.4).

Якщо аналізують водночас декілька проб, можна використовувати результат одного контрольного дослід, виконаного за тією самою методикою із застосуванням реактивів із тих самих посудин.

Якщо аналізують водночас декілька проб одного і того самого виду руди, можна використовувати результат аналізування одного сертифікованого еталонного зразка.

7.4 Визначання

7.4.1 Розкладання наважки

7.4.1.1 Наважки, що містять менше ніж 18 мг титану

7.4.1.1.1 Початкове розкладання

Наважку проби (7.2) вміщують у хімічний стакан місткістю 300 см³, додають 25 см³ хлороводневої кислоти (4.3), накривають хімічний стакан годинниковим склом і поступово нагрівають до розкладання руди.

Для розкладу наважки хімічний стакан вміщують у низькотемпературну зону електроплитки від 60 °С до 100 °С, дигерують пробу 1 год, після цього переносять у високотемпературну зону і нагрівають 10 хв, не доводячи до кипіння.

Додають 5 см³ азотної кислоти (4.5) і 15 см³ хлорної кислоти (4.10), накривають хімічний стакан і нагрівають до щільних білих парів хлорної кислоти. Підтримують постійне нагрівання кислоти на стінках хімічного стакана впродовж 10 хв. Охолоджують хімічний стакан, додають 50 см³ теплої води і нагрівають до розчинення розчинних солей.

Розчин фільтрують через щільний паперовий фільтр і промивають залишок від трьох до п'яти разів із азотною кислотою (4.6) і після цього гарячою водою до зникнення кислоти, отриманий фільтрат і промивні води вміщують у хімічний стакан місткістю 300 см³. Випарюють фільтрат під час помірного нагрівання і зберігають як основний розчин.

Примітка 5. Якщо проба певно містить органічні речовини, карбонати або сульфіді, то точно зважену наважку попередньо прожарюють у порцеляновому тиглі, після чого розкладання стає легкодоступне. Накривають тигель та прожарюють за температури від 700 °С до 750 °С 30 хв. Тигель охолоджують в ексикаторі до кімнатної температури, переносять вміст тигля в хімічний стакан місткістю 300 см³ і далі відповідно до 7.4.1.1.

7.4.1.1.2 Оброблення залишку

Під час випарювання основного розчину фільтр із залишком вміщують у платиновий тигель, висушують, озольють і в кінці прожарюють за температури від 750 °С до 800 °С. Тигель охолоджують, залишок звожують декількома краплями сірчаної кислоти (4.9), додають 5 см³ фтороводневої кислоти (4.11) і випарюють до вилучення діоксиду кремнію та сірчаної кислоти. Тигель охолоджують, додають 3 г карбонату натрію (4.2) і сплавляють до утворення прозорого плаву.

Тигель після охолодження, вміщують у хімічний стакан місткістю 300 см³, додають 100 см³ води і нагрівають до розчинення плаву і всіх розчинних солей. Вилучають і промивають тигель. Лужний розчин фільтрують через паперовий фільтр середньої щільності і промивають теплою водою, фільтрат із промивними водами вміщують у хімічний стакан місткістю 300 см³. Залишок відкидають.

Додають хлороводневу кислоту (4.3) до фільтрату доти, поки він не стане кислий, кип'ятять до вилучення діоксиду вуглецю, охолоджують і додають 10 см³ розчину хлориду заліза (III) (4.17). Для виділення гідроксиду заліза і фосфату заліза додають за постійного перемішування невеликими порціями розчин амонію (4.13) доти, поки розчин не стане лужний (за паперовим індикатором). Розчин кип'ятять 2 хв, після цього прибирають із джерела тепла. Дають відстою відстоятися, фільтрують через паперовий фільтр, що швидко фільтрує і промивають теплою водою. Фільтрат відкидають.

Хімічний стакан з основним розчином із 7.4.1.1.1, вміщують у лійку. Відстій на фільтрі розчиняють у 10 см³ хлороводневої кислоти (4.4). Миють теплою водою.

7.4.1.2 Наважки, що містять більше ніж 18 мг титану

Якщо вміст титану в наважці більше ніж 18 мг, визначання проводять за такою методикою.

У платиновий тигель вміщують наважку (7.2) і 1 г плавленого карбонату натрію. Змішують наважку з десятиразовою кількістю суміші для сплавлення (карбонат натрію:нітрат натрію 10:1) і нагрівають, поволі збільшуючи температуру, до повного сплавлення наважки. Тигель із плавом після охолодження вміщують у хімічний стакан місткістю 300 см³, додають 100 см³ теплої води і обережно перемішують. Вилучають сплав із тигля, промивають тигель водою і виймають.

Сплав у хімічному стакані нагрівають до розчинення розчинних солей і фільтрують нерозчинний залишок через паперовий фільтр середньої щільності. Залишок ретельно миють розчином карбонату натрію (2 %) і відкидають. Фільтрат і промивні води переносять у хімічний стакан місткістю 500 см³, додають хлороводневу кислоту (4.3) доки розчин не стане кислий і нагрівають до вилучення діоксиду вуглецю.

Після охолодження, додають 10 см³ розчину хлориду заліза (III) (4.17) і додають невеликими порціями розчин амонію (4.13) із постійним перемішуванням до виділення гідроксиду заліза і фосфату заліза, доки розчин не стане слабколужний. Кип'ятять розчин 2 хв, після цього знімають з електроплити, дають відстою відстоятися, фільтрують через паперовий фільтр, що швидко фільтрує, промивають гарячою водою, і фільтрат та промивні води відкидають.

Відстій на фільтрі розчиняють у 10 см³ гарячої хлороводневої кислоти (4.4), промивають фільтр гарячою водою. Розчин і промивні води вміщують у хімічний стакан місткістю 300 см³, додають 15 см³ хлорної кислоти (4.10), випарюють розчин до об'єму 30 см³ і далі продовжують за 7.4.2.

7.4.2 Хлорна кислота, що димить

Об'єднані розчини випарюють до об'єму 30 см³, додають 5 см³ бромоводневої кислоти (4.12) і продовжують випарювати у відкритому хімічному стакані до щільних білих парів хлорної кислоти. Охолоджують, додають 20 см³ води і знову випарюють до щільних білих парів хлорної кислоти. Закривають хімічний стакан і підтримують тривку дефлегмацію кислоти на стінках хімічного стакана, і випарюють ще впродовж 10 хв. Охолоджують, додають 50 см³ води і нагрівають до розчинення солі. Під час появи відстою діоксиду кремнію, розчин фільтрують у колбі Ерленмейєра місткістю 500 см³ і промивають вісім разів теплою азотною кислотою (4.6).

Якщо для аналізування використовують весь розчин, то фільтрат лишають у колбі Ерленмейєра місткістю 500 см³. Якщо необхідно аліквотування, розчин переносять у мірну колбу місткістю 250 см³, розводять до об'єму і перемішують. Відбирають аліквоту відповідно до таблиці 1 у колбу Ерленмейєра місткістю 500 см³.

7.4.3 Виділення і оброблення відстою

Випарюють під час нагрівання або розводять водою до 60 см³ і охолоджують за кімнатної температури. Додають розчин амонію (4.13) під час струшування або перемішування до тривкого невеликого відстою гідроксиду заліза (III). Додають азотну кислоту (4.5) до розчинення відстою і після цього 5 см³ у надлишок.

Примітка 6. Якщо лишається відстій діоксиду марганцю, додають невелику кількість кристалів сульфату амонію заліза (II) або декілька крапель пероксиду водню (4.14) для відновлення і розчинювання марганцю, після цього кип'ятять, щоб окислити надлишок розчину заліза (II) або зруйнувати надлишок пероксиду водню і охолоджують.

Додають 3 г нітрату амонію (4.1), перемішують до розчинення і розводять до 100 см³. Охолоджують до 20 °С, після цього додають 5 см³ розчину сульфату заліза (III) (4.18) для відновлення ванадію.

Для виділення фосфору додають розчин молібдату амонію (4.16) відповідно до вимог таблиці 1. Колбу закривають пробкою й інтенсивно струшують протягом 10 хв і витримують протягом 1 год або до повного випадання відстою молібдофосфату амонію.

Примітка 7. Якщо вміст фосфору малий, розчин необхідно витримати протягом 4 год або більше для повного осадження.

Збирають відстій, фільтрують на щільний паперовий фільтр або фільтрувальну трубку, що вміщує подрібнений папір і промивають колбу і відстій азотною кислотою (4.6) до зникнення іонів заліза в промивних водах. Промивають колбу три рази і відстій п'ять разів розведеною азотною кислотою (4.7).

Примітка 8. Оскільки жовтий відстій піднімається вгору, під час промивання відстою, цівку промивного розчину треба спрямовувати вниз по спіралі, починаючи з верхньої частини фільтра.

Промивають колбу і залишок три рази розчином нітрату калію (4.15) до зникнення кислоти в промивних водах за показом на індикаторному аналізі.

7.4.4 Титрування

Відстій разом із фільтром вміщують у вхідну колбу, додають 50 см³ свіжоскип'яченої охолодженої води (4.19) і струшують до подрібнення фільтра. Додають незначний надлишок титрованого розчину гідроксиду натрію (4.20) у невеликий надлишок і струшують суміш до розчинення жовтого відстою. Додають декілька крапель фенолфталеїнового індикатору (4.22), розводять до 150 см³ водою (4.19) і титрують надлишок гідроксиду натрію стандартним титрованим розчином азотної кислоти (4.21), до зникнення малинового забарвлення розчину, з останньою краплею титрованого розчину.

8 ОПРАЦЬОВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

8.1 Розраховування масової частки фосфору

Результати аналізування повинні бути відкориговані з урахуванням величини контрольного досліду, і після цього розраховують масову частку фосфору, (w_P), у відсотках, до четвертого десяткового знака за формулою:

$$w_P = \frac{c_1V_1 - c_2V_2}{m} \cdot 0,001347 \cdot 100, \quad (1)$$

- де c_1 — концентрація стандартного титрованого розчину гідроксиду натрію (4.20), моль/дм³;
 V_1 — об'єм стандартного титрованого розчину гідроксиду натрію (4.20), див. 7.4.4, см³;
 c_2 — концентрація стандартного титрованого розчину азотної кислоти (4.21), моль/дм³;
 V_2 — об'єм стандартного титрованого розчину азотної кислоти (4.21), що використували для титрування (7.4.4), см³;
 m — маса наважки, г;
 0,001347 — маса фосфору в грамах, відповідна 1,00 см³ розчину гідроксиду натрію, $c(\text{NaOH}) = 1,000$ моль/дм³.

8.2 Загальне опрацювання результатів

8.2.1 Відтворність та допустимий відхил

Похибку цього аналітичного методу визначають за такими регресивними рівняннями. Дивись додаток В і С.

$$R_d = 0,0198 X + 0,0094, \quad (2)$$

$$P = 0,0891 X + 0,0074, \quad (3)$$

$$\sigma_d = 0,0070 X + 0,0034, \quad (4)$$

$$\sigma_L = 0,0315 X + 0,0019. \quad (5)$$

де R_d — допустима розбіжність між результатами двох паралельних визначань, виконаних в одній лабораторії;

X — масова частка фосфору у випробній пробі, у відсотках;

Примітка 9. Для рівнянь (2) і (4) беруть внутрішньолабораторне середнє арифметичне значення паралельних визначань; для міжлабораторних рівнянь (3) і (5) беруть середнє арифметичне значення кінцевих результатів визначання (8.2.5) двох лабораторій.

P — допустима розбіжність між результатами визначань, виконаних у різних лабораторіях;

σ_d — середній квадратичний відхил результатів паралельних визначань, виконаних в одній лабораторії;

σ_L — середній квадратичний відхил результатів визначань, виконаних у різних лабораторіях.

8.2.2 Визначання аналітичного результату

Обчислені незалежні паралельні результати, відповідно до рівняння (1), порівнюють із незалежною допустимою розбіжністю, R_d , за методикою, наведеною в додатку А, та одержують кінцевий лабораторний результат, μ (див. 8.2.5).

8.2.3 Міжлабораторна похибка

Міжлабораторну похибку використовують для визначання відповідності між кінцевими результатами, поданими двома лабораторіями. Припускають, що обидві лабораторії застосовують однакову методику, наведену в 8.2.2.

Обчислюють величину:

$$\mu_{1,2} = \frac{\mu_1 + \mu_2}{2}, \quad (6)$$

де $\mu_{1,2}$ — середнє значення кінцевих результатів, визначених лабораторією 1, 2;

μ_1 — кінцевий результат, отриманий лабораторією 1;

μ_2 — кінцевий результат, отриманий лабораторією 2.

Замінюють $\mu_{1,2}$ для X у рівнянні (3) і розраховують P .

Якщо $|\mu_1 - \mu_2| \leq P$, відповідність у кінцевих результатах.

8.2.4 Перевіряння вірогідності

Вірогідність аналітичного методу перевіряють застосовуванням сертифікованого еталонного зразка (CRM) або еталонного зразка (RM) (див. примітку відповідно до 7.3). Розраховують аналітичний результат μ для CRM/RM, використовуючи методики, наведені в 8.1 і 8.2, і порівнюють з еталонним або сертифікованим значенням A_c .

Можливі два варіанти:

а) $|\mu_c - A_c| \leq C$, у кожному випадку відмінність між отриманим результатом і еталонним/сертифікованим значенням статистично незначна;

б) $|\mu_c - A_c| > C$, у кожному випадку відмінність між отриманим результатом і еталонним/сертифікованим значенням статистично значна;

де μ_c — аналітичний результат сертифікованого еталонного зразка;

A_c — сертифіковане/еталонне значення для CRM/RM;

C — величина, що залежить від виду CRM/RM, що випробовують.

Примітка 10. Сертифіковані еталонні зразки, використовувані для перевіряння, повинні бути підготовані і сертифіковані згідно з ISO Guide 35:1989 Certification of reference materials — General and statistical principles.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO Guide 35:1989 Сертифікація еталонних зразків. Загальні статистичні принципи.

Для CRM, сертифікованого за міжлабораторною програмою, розраховують за формулою:

$$C = \sqrt{\sigma_l^2 + \frac{\sigma_d^2}{n} + V(A_c)}, \quad (7)$$

де $V(A_c)$ — дисперсія сертифікованого значення A_c ($= 0$ для CRM, сертифікованої лише однією лабораторією);

n — кількість повторних визначень, виконаних на CRM/RM.

Примітка 11. Даний вид CRM не треба використовувати доти, поки не стане відомо, що сертифіковане значення не містить помилку.

8.2.5 Розраховування кінцевого результату

Кінцевий результат — середнє арифметичне вибраних аналітичних значень випробних проб або отриманих під час виконання дій, зазначених у додатку А, розраховують із точністю до четвертого десяткового знака і зводять до другого десяткового знака так:

а) якщо цифра в третьому десятковому розряді менша ніж 5, її відкидають і цифру в другому десятковому розряді залишають без зміни;

б) якщо цифра в третьому десятковому розряді 5 і в другому десятковому розряді відмінна від 0 або, якщо цифра в третьому десятковому розряді більша ніж 5, то цифру в другому десятковому розряді збільшують на одиницю;

с) якщо цифра в третьому десятковому розряді 5, і в четвертому десятковому розряді відмінна від 0, то цифру 5 відкидають і цифру в другому десятковому розряді залишають без зміни, якщо це 0, 2, 4, 6 або 8, і збільшують на одиницю, якщо це 1, 3, 5, 7 або 9.

8.3 Перераховування фосфору на оксид

Масову частку оксиду фосфору, $w_{P_2O_5}$, у відсотках, розраховують за формулою:

$$w_{P_2O_5} = 2,2914 w_P.$$

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

2,2914 — коефіцієнт перераховування.

9 ПРОТОКОЛ ВИПРОБОВУВАННЯ

Протокол випробовування повинен містити таку інформацію:

а) назву та адресу випробовувальної лабораторії;

б) дату складання протоколу випробовування;

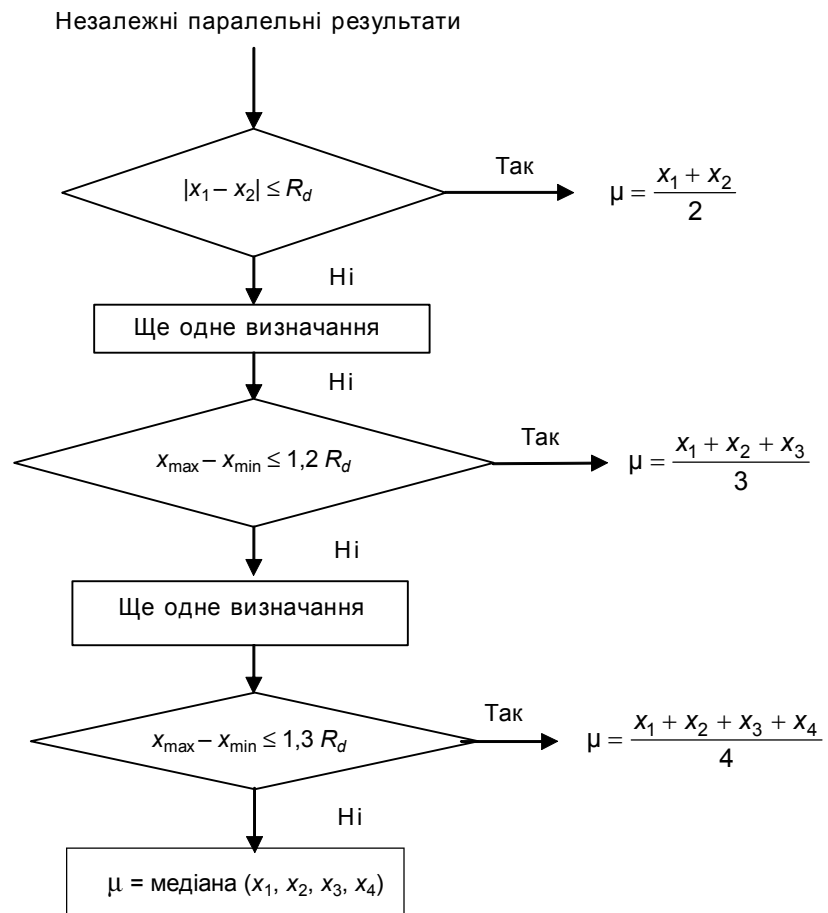
с) посилання на цей стандарт;

д) дані, необхідні для ідентифікування проби;

е) результат аналізування;

ф) реєстраційний номер результату;

г) зауваги, що виникли під час визначання, та інші дії, не передбачені цим стандартом, що могли б вплинути на результат аналізування випробної проби або сертифікованого еталонного зразка(-ів).

ДОДАТОК А
(обов'язковий)СХЕМА МЕТОДИКИ ВИБИРАННЯ АНАЛІТИЧНИХ ЗНАЧЕНЬ
ДЛЯ ВИПРОБНИХ ПРОБ

ДОДАТОК В
(довідковий)

**ВИВЕДЕННЯ РІВНЯНЬ ЗА ВІДТВОРНІСТЮ
ТА ДОПУСТИМИМИ ВІДХИЛАМИ**

Рівняння регресії, наведені в 8.2.1, одержані за результатами міжнародних аналітичних випробувань, виконаних у 1967 та 1968 роках на п'яти пробах руди в 23 лабораторіях.

Результати графічного оброблення похибки даних подано в додатку С.

Проби, що їх використано під час випробувань, перераховано в таблиці В.1.

Таблиця В.1 — Масова частка фосфору у випробних пробах

Проба	Масова частка фосфору, %
Krivoy Rog	0,031
Marcona	0,040
British Sinter	0,529
Minette	0,665
Sweden-7	1,505

Примітка 12. Звіт про міжнародні випробування та статистичне аналізування результатів (Документ ISO/TC 102/SC 2 №149 E, січень 1969) зберігають або в Секретаріаті ISO/TC 102/SC 2, або у Секретаріаті ISO/TC 102.

Примітка 13. Статистичне аналізування виконано згідно з вимогами ISO 5725:1986 Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests (Переглянутий у 1994 році та опублікований у частинах 1, 2, 3, 4, 5 та 6).

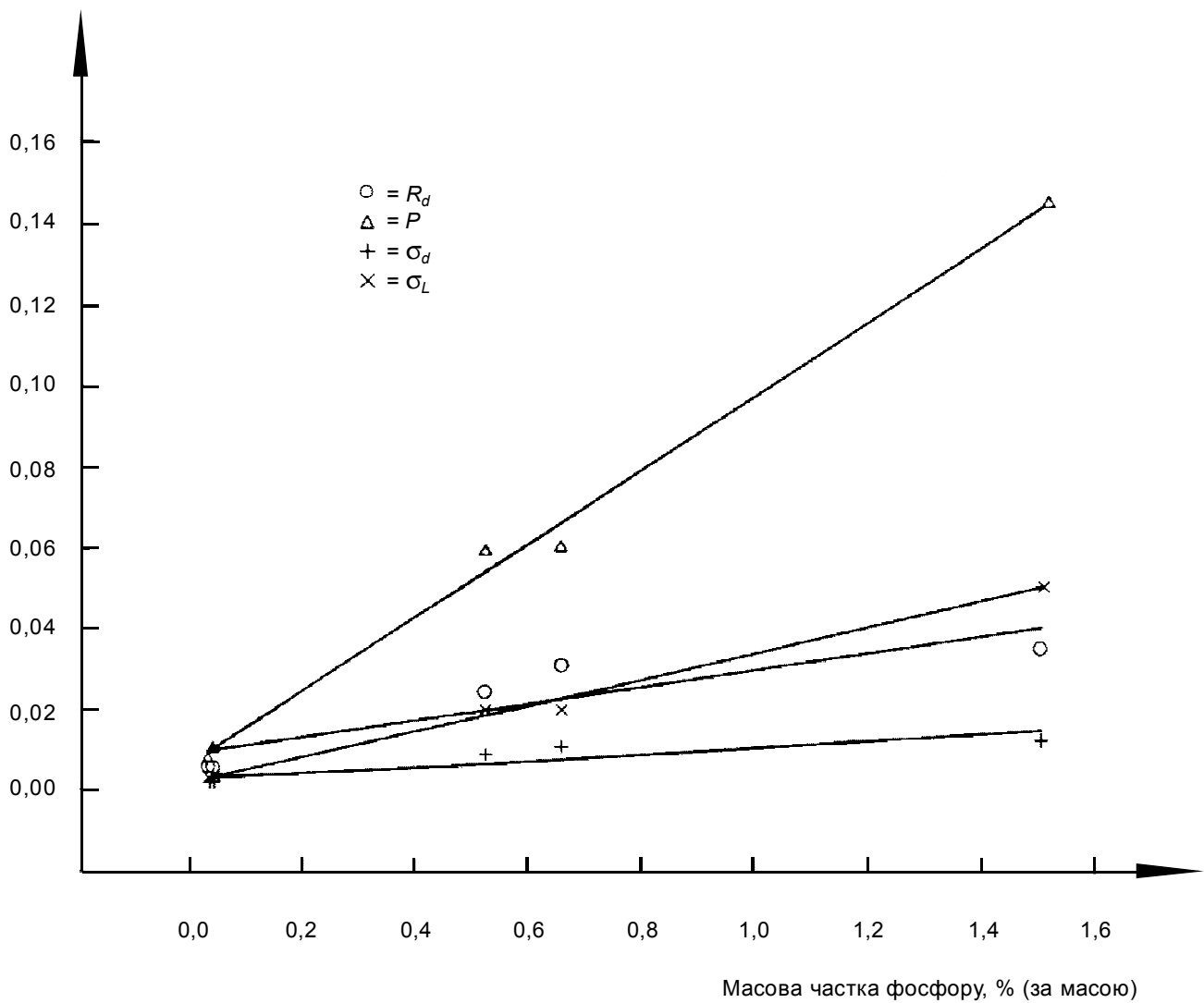
НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 5725:1986 Похибка методів випробувань. Визначання збіжності і відтворності стандартного методу під час міжлабораторних випробувань.

ДОДАТОК С
(довідковий)ІНФОРМАЦІЯ ПРО ПОХИБКИ,
ОТРИМАНІ ПІД ЧАС МІЖНАРОДНИХ АНАЛІТИЧНИХ ВИПРОБОВУВАНЬ

Примітка 14. Рисунок С.1 — Графічне зображення рівнянь, поданих у 8.2.1.

Похибка, %

Рисунок С.1 — Залежність похибок від масової частки фосфору, X , отриманих методом найменших квадратів

ДОДАТОК НА
(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

1 ГОСТ 29169–91 (ИСО 648–77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой (Посуд лабораторний скляний. Піпетки з однією позначкою)

2 ГОСТ 29227–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования (Посуд лабораторний скляний. Піпетки поградуїовані. Частина 1. Загальні вимоги).

УКНД 73.060.10

Ключові слова: титрометричне аналізування, визначання масової частки, мінерали та руди, залізні руди, фосфор.

Редактор **С. Мельниченко**
Технічний редактор **О. Касіч**
Коректор **Т. Нагорна**
Верстальник **Л. Мялківська**

Підписано до друку 06.07.2006. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 1,86. Зам. Ціна договірна.

Відділ науково-технічного редагування та термінології
нормативних документів ДП «УкрНДНЦ»
03115, м. Київ, вул. Святошинська, 2