



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

РУДИ ЗАЛІЗНІ

**Визначення титану
спектрофотометричним методом
із застосуванням діантипірилметану
(ISO 4691:1985, IDT)**

ДСТУ ISO 4691:2006

Видання офіційне

БЗ № 2–2006/99

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** (науковий керівник), **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 4691:1985 Iron ores — Determination of titanium content — Diantipyrylmethane spectrophotometric method (Руди залізні. Визначення титану. Спектрофотометричний метод із застосуванням діантипірилметану)

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	3
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	14

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 4691:1985 Iron ores — Determination of titanium content — Diantipyrylmethane spectrophotometric method (Руди залізні. Визначення титану. Спектрофотометричний метод із застосуванням діантипірилметану).

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

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- вилучено довідковий матеріал «Вступ»;
- назву стандарту змінено на: «Руди залізні. Визначення титану спектрофотометричним методом із застосуванням діантипірилметану»;
- слова «цей міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;
- одиниці об'єму «мл», «л» замінено на «см³», «дм³» відповідно;
- у тексті стандарту подано «Національні пояснення» та «Національні примітки», виділені рамкою;

— доповнено додатком НА «Бібліографія»;

— структурні елементи стандарту: «Обкладинку», «Передмову», «Національний вступ» та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України.

В Україні ISO 1042:1983 впроваджено як національний стандарт ДСТУ ISO 1042:2005.

Міжнародні стандарти ISO 3081:1986, ISO 3082:1987 та ISO 3083:1986 замінено на ISO 3082:2000 Iron ores — Sampling and sample preparation procedures (Руди залізні. Методи відбирання та готування проб).

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

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

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

РУДИ ЗАЛІЗНІ

Визначення титану спектрофотометричним методом
із застосуванням діантипірилметану

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ

Определение титана спектрофотометрическим методом
с применением диантипирилметана

IRON ORES

Determination of titanium content
diantipyrylmethane spectrophotometric method

Чинний від 2007-07-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює спектрофотометричний метод із використанням діантипірилметану для визначання масової частки титану в залізних рудах.

Метод поширюється на природні залізні руди, і залізорудні концентрати та агломерати, а також огрудковані продукти, із масовою часткою титану від 0,01 % до 6,00 %.

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 1042:1983 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks

ISO 3081:-¹⁾ Iron ores — Increment sampling — Manual method

ISO 3082:-²⁾ Iron ores — Increment sampling and sample preparation — Mechanical method

ISO 3083:-³⁾ Iron ores — Preparation of samples — Manual method

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 1042:1983 Лабораторний скляний посуд. Мірні колби з однією позначкою

ISO 3081:-¹⁾ Руди залізні. Відбирання точкових проб. Ручний метод

¹⁾ Поданий на стадії проекту. (Перегляд ISO 3081-1973).

²⁾ Поданий на стадії проекту.

³⁾ Поданий на стадії проекту. (Перегляд ISO 3083-1973).

ISO 3082:-²⁾ Руди залізнi. Вiдбирання i готування точкових проб. Механiчний метод
ISO 3083:-³⁾ Руди залізнi. Готування проб. Ручний метод
ISO 7764:1985 Руди залізнi. Готування попередньо висушених випробних проб для хiмiчного аналізування.

3 СУТЬ МЕТОДУ

Розкладання наважки:

а) Обробляють хлороводновою, азотною i сiрчаною кислотами, фiльтрують i спалюють осад, iз наступним оброблянням фтороводновою i сiрчаною кислотами i сплавляють iз пiросульфатом калiю. Розчиняють плав в основному розчинi.

б) Спiкають пероксидом натрiю з наступним оброблянням хлороводновою i сiрчаною кислотами, фiльтрують i спалюють вiдстiй, за яким обробляють фтороводновою i сiрчаною кислотами i сплавляють iз пiросульфатом калiю. Розчиняють плав в основному розчинi.

в) Сплавляють iз сумiшшю тетраборату натрiю або карбонату натрiю, iз наступним розчинюванням у хлороводневiй кислотi. Проби, що мiстять масову частку кремнiю бiльше нiж 8 % (за масою) не придатнi.

Вiдновляють залiзо аскорбiновою кислотою. Змiнюють колiр дiантипiрилметану i вимiрюють абсорбцiю 385 нм.

4 РЕАКТИВИ

Пiд час аналізування використовують реактиви лише вiдповiдної аналітичної чистоти i лише дистильовану воду або воду еквiвалентної чистоти.

4.1 Калiю пiросульфат ($K_2S_2O_7$).

4.2 Натрiю пероксид (Na_2O_2), тонкоподрiбнений порошок.

4.3 Натрiю тетраборат ($Na_2B_4O_7$) безводний, спочатку висушений вiд 60 °C до 70 °C, пiсля цього за температури 160 °C, i нарештi обпалений за температури 400 °C.

4.4 Натрiю карбонат (Na_2CO_3) безводний.

4.5 Сумiш для сплавляння: 1 частину (за масою) тетраборату натрiю (4.3), перемiшують iз однiєю частиною (за масою), карбонату натрiю (4.4), i зберiгають у закритiй посудинi.

Нацiональна примiтка

Дозволено застосовувати сумiш для сплавляння, в якiй присутнiй оксид залiза (III). Сумiш для сплавляння: одну частину (за масою) тетраборату натрiю (4.3), перемiшують iз чотирма частинами (за масою) карбонату натрiю (4.4), п'ятнадцять частин цiєї сумiшi змiшують iз однiєю частиною оксиду залiза (III).

4.6 Кислота хлороводнева густиною вiд 1,16 г/см³ до 1,19 г/см³.

4.7 Кислота хлороводнева густиною вiд 1,16 г/см³ до 1,19 г/см³, розведена 1:1.

4.8 Кислота хлороводнева густиною вiд 1,16 г/см³ до 1,19 г/см³, розведена 1:4.

4.9 Кислота азотна густиною 1,4 г/см³.

4.10 Фтороводнева кислота густиною 1,13 г/см³, 40 % (за масою) розчин.

4.11 Кислота сiрчана густиною 1,84 г/см³, розведена 1:1.

4.12 Кислота сiрчана густиною 1,84 г/см³, розведена 1:9.

4.13 Кислота сiрчана густиною 1,84 г/см³, розведена 2:98.

²⁾ Поданий на стадiї проекту.

³⁾ Поданий на стадiї проекту. (Перегляд ISO 3083–1973).

4.14 Діантипірилметан, розчин 15 г/дм³.

Розчиняють 15 г діантипірилметану моногідрату (C₂₃H₂₄O₂N₄ · H₂O) у 300 см³ води і 30 см³ сірчаної кислоти (4.11) і розчиняють в 1 дм³ води. Якщо лишається осад у розчині, фільтрат відфільтровують. Зберігають розчин у коричневому бутлі.

4.15 Кислота аскорбінова, 100 г/дм³ розчину.

Розчин свіжоприготований.

4.16 Амонію сульфат заліза (III), 100 г/дм³ розчину.

100 г амонію сульфат заліза (III) розчиняють у 500 см³ підкисленої води з 5 см³ сірчаної кислоти (4.11). Розводять до 1 дм³ і змішують.

4.17 Титан, стандартний розчин відповідний 0,1 г Ті на кубічний дециметр.

0,167 г діоксиду титану (TiO₂), обпаленого попередньо за температури від 900 °С до 950 °С впродовж 40 хв у платиновому тиглі, зважують і плавлять із (3—4) г піросульфату калію (4.1) за температури від 650 °С до 700 °С до отримання світлого плаву. Після охолодження тигель вміщують у хімічний стакан місткістю 100 см³, додають (50—60) см³ сірчаної кислоти (4.12) і розчиняють охолоджений плав за допомогою нагрівання. Після промивання платинового тигля із сірчаною кислотою (4.12) переносять розчин у мірну колбу місткістю 1000 см³, розводять із сірчаною кислотою (4.12) до об'єму і змішують.

1 см³ цього стандартного розчину містить 0,1 мг Ті.

4.18 Титан, стандартного розчину, що відповідає 20 мг Ті на кубічний дециметр.

Відмірюють піпеткою 50 см³ аліквоти стандартного розчину титану (4.17) у мірну колбу місткістю 250 см³, розводять сірчаною кислотою (4.12) до об'єму і змішують.

1 см³ стандартного розчину містить 0,02 мг Ті.

5 АПАРАТУРА

Звичайне лабораторне обладнання, у тому числі піпетки з однією позначкою і мірні колби з однією позначкою, що відповідають технічним вимогам, встановленим в ISO 648 та ISO 1042 відповідно, а також:

Спектрофотометр, що дозволить вимірювати абсорбцію за довжиною хвилі 385 нм із 10 мм вічками.

6 ВІДБИРАННЯ ТА ГОТУВАННЯ ПРОБ**6.1 Лабораторні проби**

Для аналізування використовують лабораторну пробу крупністю мінус 100 мкм, відібрану згідно з ISO 3081 або ISO 3082 та приготовану згідно з ISO 3082 або ISO 3083. 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 ± 2) °С згідно з ISO 7764. (Це — попередньо висушена випробна проба).

7 МЕТОДИКА АНАЛІЗУВАННЯ**7.1 Кількість визначань**

Аналізують принаймні два незалежні визначення для однієї попередньо висушеної випробної проби відповідно до додатка А.

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

7.2 Контрольний дослід і перевіряльне випробування

Через усі стадії, паралельно з аналізуванням випробної проби(-б) руди, проводять один контрольний дослід і одне аналізування сертифікованого еталонного зразка того самого виду руди за тією самою методикою. Попередньо висушена випробна проба сертифікованого еталонного зразка повинна бути підготована відповідно до 6.2.

Примітка 3. Сертифікований еталонний зразок повинен бути того самого виду, що і проба, яку аналізують, і властивості двох зразків повинні бути досить близькі, щоб неминучі зміни методики аналізування в будь-якому випадку були незначні.

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

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

7.3 Наважка

Від попередньо висушеної випробної проби (6.2), отриманої за таблицею 1, відбирають декілька точкових проб, зважують із точністю до 0,0001 г.

Таблиця 1

Масова частка титану, w_{Ti} , %	Маса наважки, г	Аліквота (7.4.2), $см^3$
$0,01 < w_{Ti} \leq 0,1$	0,50	30,0
$0,10 < w_{Ti} \leq 0,3$	0,50	20,0
$0,30 < w_{Ti} \leq 1,0$	0,50	5,0
$1,00 < w_{Ti} \leq 6,0$	0,13	5,0

Національна примітка

Дозволено застосовувати прилади лабораторні скляні згідно з ГОСТ 29169 (ISO 648-77) та ГОСТ 29227.

Примітка 4. Щоб запобігти реабсорбуванню вологи, наважку треба відбирати і зважувати швидко.

7.4 Визначання

7.4.1 Розкладання наважки

Під час кислотного розкладання діють відповідно до 7.4.1.1. Під час розкладання лужним спіканням діють відповідно до 7.4.1.2, і під час сплавляння діють відповідно до 7.4.1.3.

7.4.1.1 Кислотне розкладання

Наважку (7.3) вміщують у хімічний стакан місткістю 300 см^3 , зволожують декількома краплями води, доливають 30 см^3 хлороводневої кислоти (4.6), накривають годинниковим склом і поволі нагрівають до розкладання. Доливають 5 см^3 азотної кислоти (4.9) і 10 см^3 сірчаної кислоти (4.11), прибирають годинникове скло, обережно нагрівають до густих білих парів і продовжують нагрівати протягом 10 хв. Хімічний стакан охолоджують, доливають 20 см^3 хлороводневої кислоти (4.7) і 50 см^3 води і нагрівають до розчинення розчинних солей.

Фільтрують розчин через фільтр середньої щільності, очищують стінки хімічного стакана скляною паличкою з гумовим наконечником і переносять залишок на фільтр. Миють залишок два або три рази гарячою сірчаною кислотою (4.13) і два або три рази гарячою водою. Збирають фільтрат і промивні води у хімічний стакан місткістю 300 см^3 , і резервують як основний розчин.

Фільтр і залишок вміщують у платиновий тигель, висушують, озоляють і охолоджують. Залишок зволожують у тиглі сірчаною кислотою (4.11) і доливають 5 см^3 фтороводневої кислоти (4.10), і поволі нагрівають до виділення тетрафториду кремнію і сірчаної кислоти. Тигель охолоджують, додають 2 г піросульфату калію (4.1), накривають платиновою кришкою і перший раз нагрівають повільніше, а після цього в кінці, нагрівають до сплавляння матово-червоного залишку.

Примітка 5. Якщо необхідно повне сплавляння, кількість піросульфату калію може бути збільшена до 5 г упродовж сплавляння.

Після охолодження переносять тигель із кришкою у хімічний стакан місткістю 300 см³, що містить основний розчин, нагрівають до розчинення охолодженого плаву, і прибирають тигель із кришкою після промивання водою. Переносять розчин у мірну колбу місткістю 200 см³, розводять до об'єму і перемішують.

7.4.1.2 Лужне спікання

Наважку вміщують у нікелевий тигель, додають 3 г пероксиду натрію (4.2), добре перемішують, використовуючи платиновий або нікелевий шпатель, і ущільнюють суміш. Тигель впродовж 1 хв або 2 хв вміщують на край муфельної печі, температура в якій регулюється (400 ± 20) °С, і після цього в печі упродовж 1 год ефективно спікають. Беруть тигель із печі та охолоджують. Переносять масу, що спеклася у хімічний стакан місткістю 300 см³, накривають хімічний стакан годинниковим склом і додають 30 см³ води.

Примітка 6. Якщо об'єм доданої води недостатній, під час наступного нагрівання може відбуватися бурхливе кипіння. Як безпечна міра застороги, об'єм може бути збільшений до 100 см³.

Промивають тигель спочатку водою, потім раз хлороводновою кислотою (4.8), і додають промивні води до маси в хімічному стакані. Поволі підкислюють 30 см³ хлороводнової кислоти (4.6), накривають хімічний стакан годинниковим склом і поволі нагрівають розчин до розкладу надлишку пероксиду. Прибирають годинникове скло, додають 10 см³ сірчаної кислоти (4.11), обережно нагрівають до густих білих парів і продовжують нагрівати впродовж 10 хв. Хімічний стакан охолоджують, додають 20 см³ хлороводнової кислоти (4.7) та 50 см³ води, і нагрівають до розчинення розчинних солей.

Фільтрують розчин через фільтр середньої щільності, очищують стінки хімічного стакана скляною паличкою з гумовим наконечником і переносять залишок на фільтр. Промивають залишок два або три рази гарячою сірчаною кислотою (4.13) і два або три рази гарячою водою. Збирають фільтрат і промивні води у хімічний стакан місткістю 300 см³ і резервують як основний розчин.

Фільтр і залишок вміщують у платиновий тигель, висушують, озолують і охолоджують. Залишок зволожують у тиглі сірчаною кислотою (4.11), доливають 5 см³ фтороводнової кислоти (4.10) і поволі нагрівають до виділення тетрафториду кремнію і сірчаної кислоти. Тигель охолоджують, додають 2 г піросульфату калію (4.1), накривають платиновою кришкою і перший раз нагрівають повільніше, а після цього в кінці нагрівають до сплавляння матово-червоного залишку.

Примітка 7. Якщо необхідне повне сплавляння, кількість піросульфату калію може бути збільшена до 5 г упродовж всього сплавляння.

Після охолодження переносять тигель і кришку в хімічний стакан місткістю 300 см³, що містить основний розчин, нагрівають до розчинення охолодженого плаву і прибирають тигель із кришкою після промивання водою. Переносять розчин у мірну колбу місткістю 200 см³, розводять до об'єму і перемішують.

7.4.1.3 Лужне сплавляння

Наважку перемішують із 5 г суміші для сплавляння (4.5) у платиновому тиглі, накривають платиновою кришкою, поволі нагрівають і сплавляють за температури від 1000 °С до 1050 °С впродовж 10 хв. Прибирають із тепла та обережно, вихровим рухом, охолоджують плав до затвердіння тонким шаром на стінках тигля. Тигель охолоджують, вміщують тигель із кришкою і вмістом у хімічний стакан місткістю 300 см³ і додають 100 см³ хлороводнової кислоти (4.8). Розчиняють плав, прибирають тигель із кришкою і промивають у хімічному стакані.

Національна примітка

Дозволено застосовувати 5 г суміші такого вмісту: тетраборату натрію, карбонату натрію та оксиду заліза (III) (4.5).

Примітка 8. Якщо лишається нерозчинний осад, такий залишок відфільтровують і відкидають.

Переносять розчин у мірну колбу місткістю 200 см³, розводять до об'єму і перемішують.

7.4.2 Спектрофотометричне визначання

Відміряють піпеткою аліквоту випробного розчину і розчину контрольного досліду, відповідно до умов, наведених у таблиці 1, у мірні колби місткістю 100 см³, додають 5 см³ розчину сульфату амонію заліза (III) (4.16), додають 10 см³ розчину аскорбінової кислоти (4.15) і струшують. Додають 15 см³ хлороводнової кислоти (4.7) і 30 см³ розчину діантипірилметану (4.14), розводять водою до об'єму і перемішують (кінцевий випробний розчин).

Витримують упродовж принаймні 20 хв і вимірюють абсорбцію довжини хвилі 385 нм у 10 мм вічках, використовуючи розчин контрольного досліду як еталонний.

Примітка 9. Для аналізів розчинів із низькими масовими частками титану можуть бути використані 20 мм вічка, якщо необхідно.

Примітка 10. Якщо сплавлення, розклад застосовують до проб із масовою часткою кремнію більше ніж 1 % (за масою), розчин кремнію, що аналізують, після того, як колір його змінився, і до вимірювання абсорбції, буде відфільтрований для вилучення можливих осадів діоксиду кремнію.

Примітка 11. Колір стійкий упродовж принаймні 24 год.

Визначають концентрацію титану, виражену в мікрограмах на кубічний сантиметр, із використанням абсорбції градуйованого графіка, підготованого відповідно до 7.4.3.

7.4.3 Готування градуйованого графіка

Беруть 0,0 см³; 1,0 см³; 3,0 см³; 5,0 см³; 7,0 см³ і 10,0 см³ стандартного розчину титану (4.18) у шість мірних колб місткістю 100 см³, додають 5 см³ сульфату амонію заліза (III) (4.16) і 10 см³ розчину аскорбінової кислоти (4.15) і струшують. Додають 15 см³ хлороводневої кислоти (4.7) і 30 см³ розчину діантипірилметану (4.14) у кожену колбу, розводять до об'єму, означеного в 7.4.2. Будують графік залежності між концентрацією титану, вираженою в мікрограмах на сантиметр кубічний, і абсорбцією, будують градуйований графік.

8 ОПРАЦЬОВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

8.1 Розрахування масової частки титану

Масову частку титану, w_{Ti} , нижче ніж 1 % (за масою), у відсотках розраховують із точністю до п'ятого десяткового знака і четвертого десяткового знака для масових часток вище ніж 1 % (за масою), за формулою:

$$w_{Ti} = \frac{c \cdot 100}{m_1 \cdot 1000000} \cdot 100 = \frac{c}{100 \cdot m_1}, \quad (1)$$

де c — концентрація титану в кінцевому випробному розчині, мкг/см³;

m_1 — маса проби, що міститься в 100 см³ кінцевого випробного розчину, г, розрахованого за формулою:

$$m_1 = \frac{m_0 \cdot V}{200},$$

де m_0 — маса наважки (таблиця 1);

V — об'єм аліквоти (таблиця 1).

8.2 Загальне опрацювання результатів

8.2.1 Відтворність та допустимий відхил

Похибку цього аналітичного методу визначають за такими регресивними рівняннями⁴⁾:

Метод розкладання	Регресивні рівняння	
Кислотне розкладання	$r = 0,0204 x + 0,0045,$	(2)
	$P = 0,0447 x + 0,0070,$	(3)
	$\sigma_r = 0,0072 x + 0,0016,$	(4)
	$\sigma_L = 0,0150 x + 0,0022,$	(5)
	Лужне спікання	$r = 0,0223 x + 0,0015,$
$P = 0,0741 x - 0,0018$		(7)
Для $0,01 < x < 0,0243$ $P = 1,96 \sigma_r$		
$\sigma_r = 0,0079 x + 0,0005,$		(8)
$\sigma_L = 0,0256 x - 0,0008,$		(9)
Лужне сплавлення	$r = 0,0202 x + 0,0041,$	(10)
	$P = 0,0519 x + 0,0076,$	(11)
	$\sigma_r = 0,0071 x + 0,0015,$	(12)
	$\sigma_L = 0,0176 x + 0,0025,$	(13)

⁴⁾ Додаткову інформацію наведено у додатках В і С.

де r — допустима розбіжність між результатами двох паралельних визначень, виконаних в одній лабораторії (збіжність);

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

σ_r — середній квадратичний відхил результатів паралельних визначень, виконаних в одній лабораторії;

σ_L — середній квадратичний відхил результатів визначень, виконаних у різних лабораторіях;

x — масова частка титану у випробній пробі, у відсотках, яку розраховують таким чином:

— рівняння (2, 4, 6, 8, 10, 12): середнє арифметичне значення паралельного визначення, виконаного в одній лабораторії;

— рівняння (3, 5, 7, 9, 11, 13): середнє арифметичне значення кінцевих результатів визначень (8.2.3), виконаних у двох лабораторіях.

8.2.2 Вибірвання аналітичних значень

Результат, отриманий під час випробування сертифікованого еталонного зразка, повинен задовольняти вимогу статистичної незначущості розбіжності між цим результатом і значенням сертифікованого еталонного зразка. Для перевірення значимості розбіжності для еталонного зразка, аналізування якого проводили в десяти лабораторіях методом(-ами), співвідносним за правильністю і вірогідністю відповідно до цього методу, можна використовувати таке співвідношення:

$$|A_c - A| \leq 2 \sqrt{\frac{s_{f.c}^2 + \frac{s_{wc}^2}{n_{wc}}}{N_c} + \sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}}, \quad (14)$$

де A_c — сертифіковане значення;

A — результат або середнє значення результатів, отриманих для еталонного зразка;

s_{Lc} — середній квадратичний відхил результатів, отриманих лабораторіями із сертифікації;

s_{wc} — середнє значення середніх квадратичних відхилів, отриманих лабораторіями із сертифікації;

n_{wc} — середня кількість повторних визначень у лабораторіях із сертифікації;

N_c — кількість лабораторій із сертифікації;

n — кількість повторних визначень для еталонного зразка (у більшості випадків, $n = 1$);

σ_L і σ_r — відповідно до 8.2.1.

Якщо умова (14) виконується, тобто, якщо ліва частина рівняння менше або дорівнює правій частині, тоді різницю $|A_c - A|$ вважають статистично незначною, у іншому випадку — статистично значною.

Якщо розбіжність значна, то аналізування повторюють одночасно з аналізуванням випробної проби. Якщо розбіжність знову значна, аналізують повторно, використовуючи інший сертифікований еталонний зразок того самого виду руди.

Якщо розбіжність між двома значеннями, отриманими для випробної проби, перевищує величину r , що розраховують за рівнянням (2) або (6), або (10), то проводять одне або більше додаткових випробувань відповідно до схеми, наведеної у додатку А, й водночас виконують відповідний контрольний дослід і аналізують сертифікований еталонний зразок того самого виду руди.

Прийнятність результатів для випробної проби у кожному випадку повинна відповідати тим самим вимогам, що і прийнятність результатів для сертифікованого еталонного зразка.

Примітка 12. Якщо інформація в сертифікаті на еталонний зразок неповна, застосовують таку методику:

а) якщо наявний об'єм даних дозволяє оцінити середній квадратичний відхил між результатами, отриманими у різних лабораторіях, вираз s_{wc}^2 / n_{wc} не беруть до уваги, а s_{Lc} розглядають як середній квадратичний відхил лабораторних середніх значень;

б) якщо сертифікацію виконувала лише одна лабораторія або, якщо міжлабораторні результати відсутні, використовують формулу:

$$|A_c - A| \leq 2 \sqrt{2\sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}}.$$

8.2.3 Розраховування кінцевого результату

Кінцевий результат — середнє арифметичне вибраних аналітичних значень для випробних проб або проб, отриманих під час виконання дій, зазначених у додатку А, розраховують із точ-

нітю до п'ятого десяткового знака, для масової частки титану нижче ніж 1 % і до четвертого десяткового знака для масової частки більше ніж 1 %.

Для масових часток титану нижче ніж 1 % значення розраховують до п'ятого десяткового знака, зводять до третього десяткового знака так:

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

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

с) якщо цифра в четвертому десятковому розряді 5 і в п'ятому десятковому розряді відмінна від 0, то цифру 5 відкидають і цифру в третьому 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.

Подібним методом значення для масових часток титану більше ніж 1 зводять до другого десяткового знака, а числа з порядковим номером менше одиниці відкидають.

8.3 Перераховування титану на оксид

Масову частку оксиду титану, w_{TiO} , у відсотках розраховують за формулою:

$$w_{TiO} = 1,668 w_{Ti} (\%) \quad (15)$$

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

1,668 — коефіцієнт перераховування.

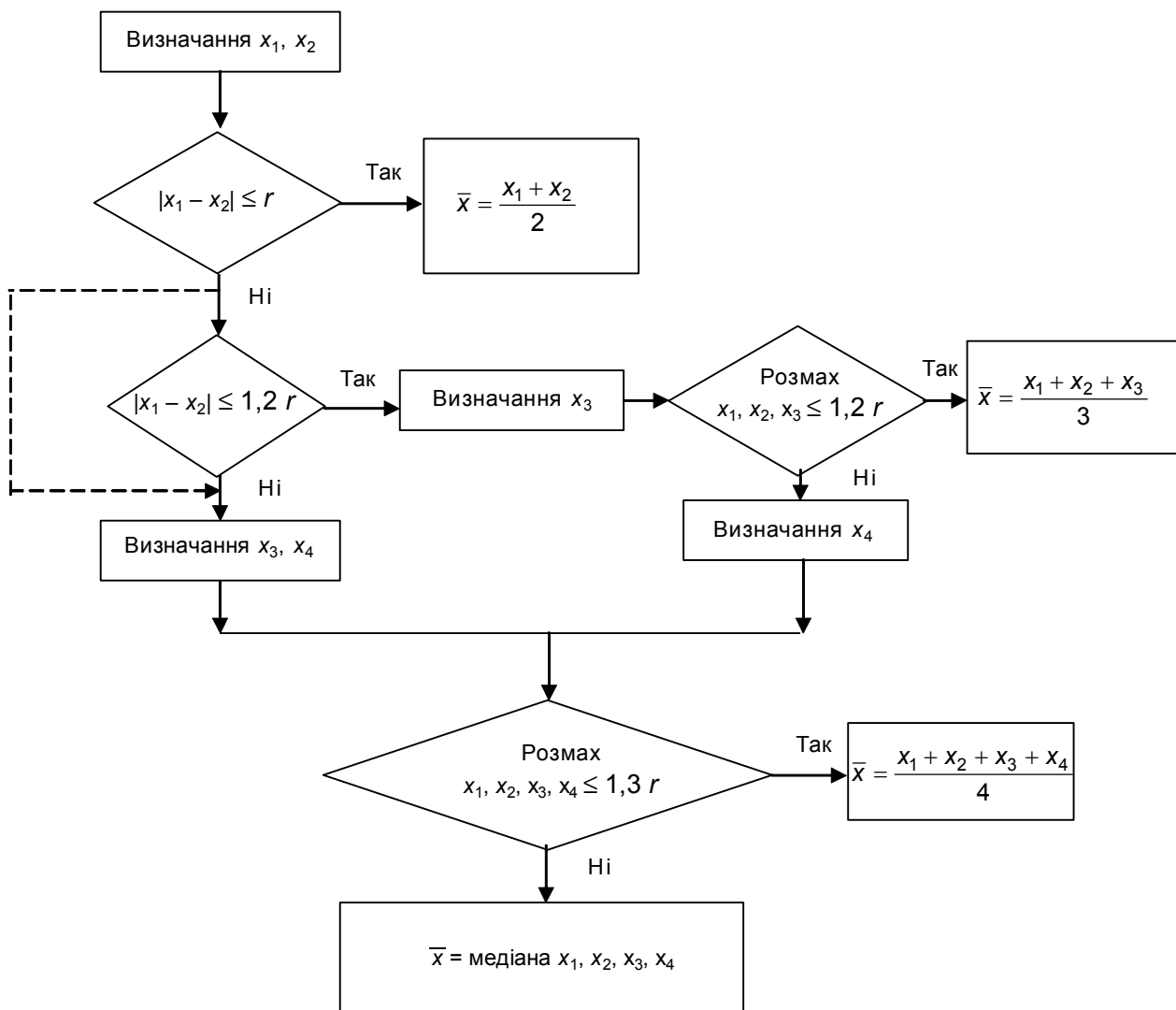
9 ПРОТОКОЛ ВИПРОБОВУВАННЯ

Протокол випробовування повинен містити таку інформацію:

- а) посилання на цей стандарт;
- б) дані, необхідні для ідентифікування проби;
- с) результат аналізування;
- д) реєстраційний номер результату;
- е) 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**



r: відповідно до 8.2.1.

ДОДАТОК В
(довідковий)**ВИВЕДЕННЯ РІВНЯНЬ ЗА ВІДТВОРНІСТЮ
ТА ДОПУСТИМИМИ ВІДХИЛАМИ**

Рівняння регресії в 8.2.1, одержані за результатами (див. таблицю В.1) двох міжнародних аналітичних випробувань, ISO/TC 102/SC 2.

Результати графічного оброблення даних подано в додатку С.

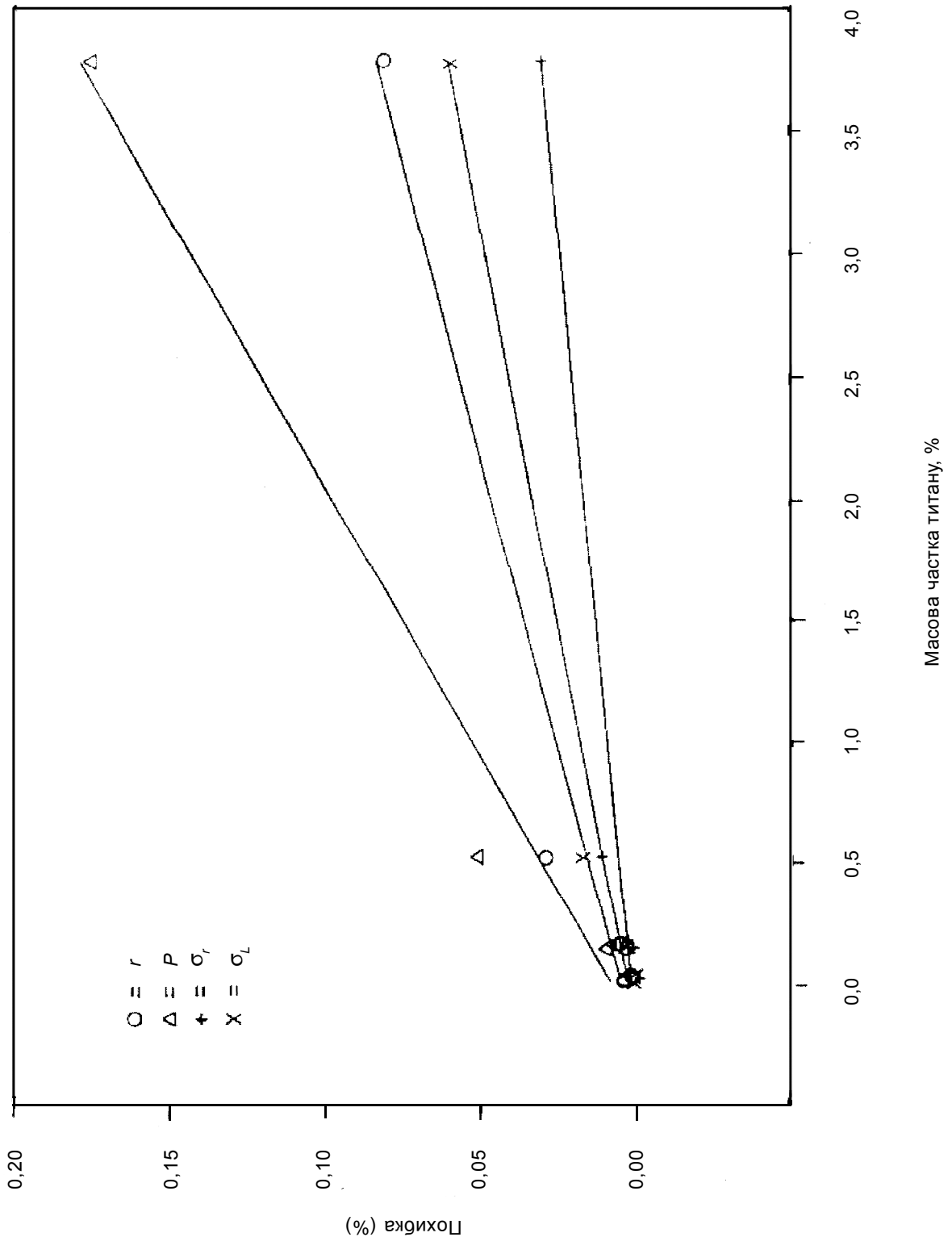
Таблиця 2

Випробовування	Кількість лабораторій учасниць	Звіт	Проба	Масова частка титану, %		
				кислотне розкладання	лужне спікання	лужне сплавлення
1-е 1975/76	11	TC 102/SC 2 № 438 (березень, 1976)	Texada	0,0253	0,0252	0,0263
			Palabora	0,5360	0,5430	0,5410
2-е 1977/78	24	TC 102/SC 2 № 500 (травень, 1978)	Пісок, що містить частинки заліза Philippine iron sand	3,7940	3,8140	3,8120
			UK sinter	0,1800	—	0,1860
			Savage river pellet	0,1600	0,1630	0,1610
			Sishen	0,0400	0,0400	0,0400

Примітка 13. Статистичне аналізування, виконане згідно з вимогами ISO 5725.

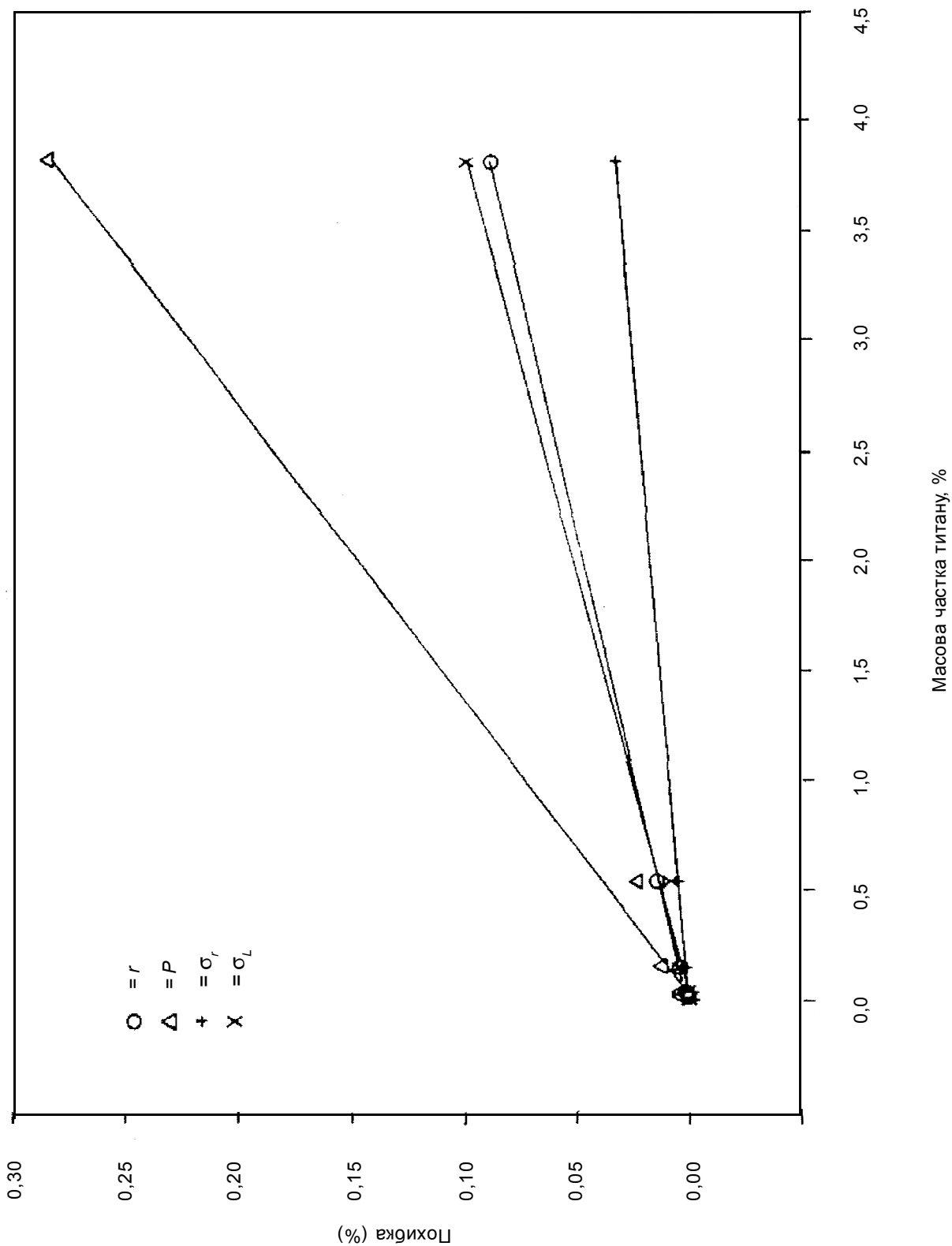
ДОДАТОК С
(довідковий)

ІНФОРМАЦІЯ ПРО ПОХИБКИ, ОТРИМАНІ
ПІД ЧАС МІЖНАРОДНИХ АНАЛІТИЧНИХ ВИПРОБОВУВАНЬ



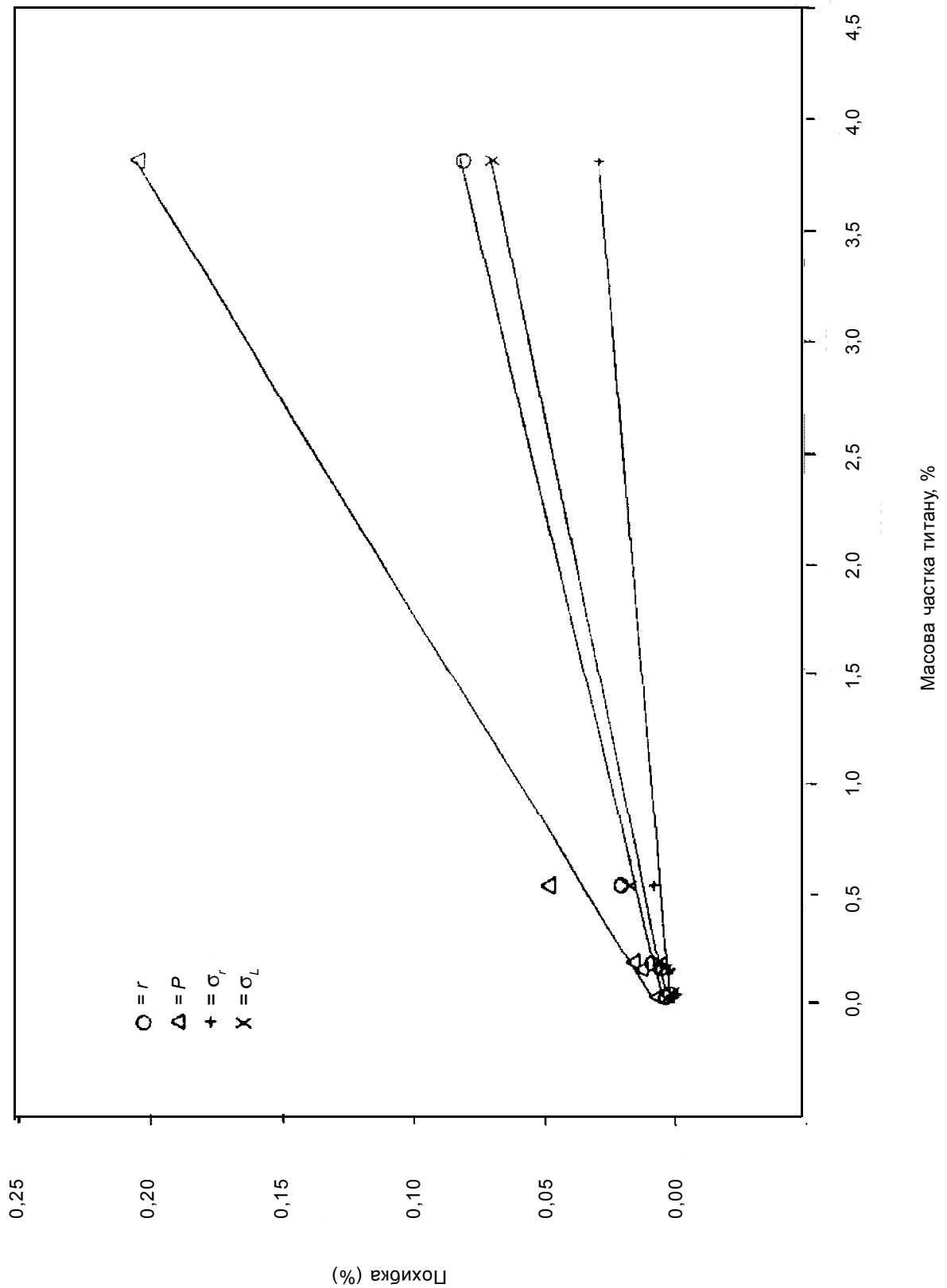
Примітка 14. Рисунок С.1 — Графічне зображення рівнянь 2— 5.

Рисунок С.1 — Залежність похибок від масової частки титану, X (метод кислотного розкладання)



Примітка 15. Рисунок С.2 — Графічне зображення рівнянь 6—9.

Рисунок С.2 — Залежність похибок від масової частки титану, X (метод спікання)



Примітка 16. Рисунок С.3 — Графічне зображення рівнянь 10—13.

Рисунок С.3 — Залежність похибок від масової частки титану, X (метод сплавлення)

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 градуйовані. Частина 1. Загальні вимоги).

УКНД 73.060.10

Ключові слова: хімічне аналізування, визначання масової частки, спектрофотометричний метод, мінерали та руди, залізні руди, титан.

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

Підписано до друку 14.07.2006. 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