



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

---

# ЗАЛІЗО ПРЯМОГО ВІДНОВЛЮВАННЯ

Визначення металевого заліза  
титрометричним методом  
із застосуванням бром-метанолу  
(ISO 5416:2006, IDT)

ДСТУ ISO 5416:2008

*Видання офіційне*

БЗ № 3–2008/76

Київ  
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ  
2010

## ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технічний комітет стандартизації «Руди залізни та марганцеві» (ТК 9) (центр Стандартрудсепро)

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: **Т. Железнова; Л. Зінченко; О. Макарова; Т. Павленок; В. Рибалка** (науковий керівник); **А. Рилькова**, канд. хім. наук; **С. Рильков; І. Чернятьєва**

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 4 березня 2008 р. № 86 з 2010–01–01

3 Національний стандарт відповідає ISO 5416:2006 Direct reduced iron — Determination of metallic iron — Bromine-methanol titrimetric method (Залізо прямого відновлювання. Визначення металевого заліза титриметричним методом із застосуванням бром-метанолу)

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, 2010

**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 Опрацьовування результатів .....	5
9 Протокол випробування .....	6
Додаток А Схема методики вибирання аналітичних значень для випробних проб .....	7
Додаток В Виведення рівнянь за відтворюваністю та допустимими відхилами .....	7
Додаток С Інформація про похибки, одержана під час міжнародних аналітичних випробувань .....	8
Додаток D Визначення ступеня металізації .....	9
Додаток E Дезактивація відпрацьованих аналітичних розчинів .....	9

## НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 5416:2006 Direct reduced iron — Determination of metallic iron — Bromine-methanol titrimetric method (Залізо прямого відновлювання. Визначення металевого заліза титриметричним методом із застосуванням бром-метанолу).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 9 «Руди залізні і марганцеві» (центр Стандартрудсепро).

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству України.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- вилучено довідковий матеріал «Вступ»;
- слова «цей міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;
- структурні елементи цього стандарту: «Титульний аркуш», «Передмову» та «Національний вступ» — оформлено відповідно до вимог національної стандартизації України;
- до розділу 2 «Нормативні посилання» долучено «Національне пояснення», виділене в тексті рамкою;
- позначки одиниць вимірювання відповідають серії стандартів ДСТУ 3651–97 Метрологія.

Одиниці фізичних величин.

ISO 648 в Україні впроваджено як національний стандарт.

ISO 1042 в Україні впроваджено як ДСТУ ISO 1042:2005.

ISO 2597-1 в Україні впроваджено як ДСТУ 4572-1:2006.

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

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

---

**ЗАЛІЗО ПРЯМОГО ВІДНОВЛЮВАННЯ**

Визначення металевого заліза титрометричним методом  
із застосуванням бром-метанолу

**ЖЕЛЕЗО ПРЯМОГО ВОССТАНОВЛЕНИЯ**

Определение металлического железа титрометрическим методом  
с применением бром-метанола

**DIRECT REDUCED IRON**

Determination of metallic iron  
bromine-methanol titrimetric method

---

Чинний від 2010-01-01

**ЗАСТОРОГА!** Цей стандарт допускає використання небезпечних матеріалів, операцій і обладнання. Цим стандартом не передбачено регламентувати проблеми безпеки, пов'язані з його застосуванням. Відповідальність за використання цього стандарту та встановлення відповідних заходів безпеки несе користувач.

**1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ**

Цей стандарт установлює титрометричний метод для визначення масової частки металевого заліза у відновлюваних залізних рудах (залізо прямого відновлювання: DRI).

Метод застосовують для визначення масових часток металевого заліза від 15 % до 95 % у залізі прямого відновлювання DRI.

**Примітка.** Термін «металеве залізо» означає види заліза, які не зв'язані з киснем або не представлені піритом.

**2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ**

Наведені нижче нормативні документи містять положення, які через посилання в цьому стандарті становлять положення цього національного 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 IEC та ISO впорядковують каталоги чинних міжнародних стандартів.

ISO 385 Laboratory glassware — Burettes

ISO 648 Laboratory glassware — One-mark pipettes

ISO 1042 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks

ISO 2596 Iron ores — Determination of hygroscopic moisture in analytical samples — Gravimetric, Karl Fischer and mass-loss methods

ISO 2597-1 Iron ores — Determination of total iron content — Part 1: Titrimetric method after tin (II) chloride reduction

ISO 3696 Water for analytical laboratory use — Specification and test methods

ISO 10835 Direct reduced iron and hot briquetted iron — Sampling and sample preparation.

**НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ**

ISO 385 Лабораторний скляний посуд. Бюретки

ISO 648 Лабораторний скляний посуд. Піпетки з однією позначкою

ISO 1042 Лабораторний скляний посуд. Мірні колби з однією позначкою

ISO 2596 Руди залізнi. Визначення гігроскопічної вологи в пробах для аналізування. Гравіметричний метод, метод Карла Фішера та метод втрати маси

ISO 2597-1 Руди залізнi. Визначення загального заліза. Частина 1. Титрометричний метод після відновлювання хлоридом олова (II)

ISO 3696 Вода для використання в аналітичній лабораторії. Технічна характеристика і методи випробовування

ISO 10835 Залізо прямого відновлювання та брикети із гарячебрикетованого заліза. Відбирання та готування проб.

**3 СУТЬ МЕТОДУ**

Металеве залізо розчиняють оброблянням розчином бром-метанолу. Нерозчинний залишок виділяють фільтруванням. Залізо у фільтраті відновлюють до заліза (II), яке титрують із розчином дихромату калію.

**Примітка.** Інші металеві елементи такі, як хром, кобальт, марганець, нікель та ванадій, також розчиняються розчином бром-метанолу, але вони не піддаються процедурі титрування, крім ванадію.

**4 РЕАКТИВИ**

Під час аналізування використовують реактиви лише відповідної аналітичної чистоти і лише воду, що відповідає класу 2 згідно з ISO 3696.

**4.1 Кислота хлороводнева**, густиною  $\rho$  від 1,16 г/см<sup>3</sup> до 1,19 г/см<sup>3</sup>.

**4.2 Кислота сірчана**, густиною  $\rho$  1,84 г/см<sup>3</sup>, розведена 1:1.

**4.3 Метанол**, реактив рівня Карла Фішера, максимально 0,1 % H<sub>2</sub>O.

**4.4 Розчин бром-метанолу**, 50 см<sup>3</sup>/дм<sup>3</sup>.

Розчиняють 5 см<sup>3</sup> бром у 95 см<sup>3</sup> метанолу (4.3). Цей розчин готують перед використанням і одразу ж використовують.

**ЗАСТОРОГА!** Готування розчину бром-метанолу та всі стадії методики, де є бром, виконують у витяжній шафі.

**4.5 Розчин перекису водню**, 30 % (за об'ємом).

**4.6 Розчин хлориду олова (II)**, 100 г/дм<sup>3</sup>.

Розчиняють 119 г дигідрату хлориду олова (II) (SnCl<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O) послідовно невеликими кількостями у 200 см<sup>3</sup> хлороводневої кислоти (4.1) із підігрівом. Охолоджують, розводять до 1 дм<sup>3</sup> і перемішують. Додають 2 г крупногранульованого олова і зберігають розчин у коричневій посудині.

**4.7 Розчин хлориду ртуті (II)**, 50 г/дм<sup>3</sup>.

Розчиняють 50 г хлориду ртуті (II) (HgCl<sub>2</sub>) у 800 см<sup>3</sup> гарячої води. Охолоджують, розводять до 1 дм<sup>3</sup> і перемішують.

**4.8 Суміш сірчано-фосфорної кислоти**

Помішуючи, обережно додають 150 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти (густиною  $\rho$  1,84 г/см<sup>3</sup>) і 150 см<sup>3</sup> фосфорної кислоти (густиною  $\rho$  1,7 г/см<sup>3</sup>) у 600 см<sup>3</sup> води. Охолоджують, розводять до 1 дм<sup>3</sup> і перемішують.

**4.9 Стандартний розчин заліза**

Розчиняють 0,800 г оксиду заліза (III) високої чистоти (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> > 99 %) у 40 см<sup>3</sup> хлороводневої кислоти (4.1). Розводять до 1000 см<sup>3</sup> і перемішують.

1 см<sup>3</sup> цього розчину містить 0,558 мг заліза.

Якщо чистота оксиду заліза (III) невідома, розчин стандартизують, використовуючи 100 см<sup>3</sup> аліквоти, випареної до малого об'єму.

**4.10 Дихромат калію**, стандартний титрований розчин,  $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,01667$  моль/дм<sup>3</sup>.

Подрібнюють 6 г дихромату калію в агатовій ступці, висушують за температури від 140 °C до 150 °C протягом 2 год, потім охолоджують до кімнатної температури в екзикаторі.

Зважують 4,903 г сухого матеріалу, розчиняють у воді та виливають у мірну колбу ємністю 1000 см<sup>3</sup>. Розводять до об'єму водою і перемішують.

**4.11 Сульфонат дифеніламіну натрію**, розчин 2 г/дм<sup>3</sup>.

Розчиняють 0,2 г сульфонату дифеніламіну натрію ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{NHC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{Na}$ ) у 100 см<sup>3</sup> води. Зберігають розчин у коричневій скляній посудині.

## 5 АПАРАТУРА

Звичайне лабораторне обладнання, включаючи піпетки з однією позначкою і мірні колби з однією позначкою, що відповідають вимогам ISO 648 та ISO 1042 відповідно, і таке:

**5.1 Бюретка**, що відповідає вимогам ISO 385.

**5.2 Колба конічна** ємністю 100 см<sup>3</sup>, діаметром від 50 мм до 60 мм, без увігнутого дна, для розчинення проби. Якщо працюють без витяжної шафи, потрібно годинникове скло або дефлегматор.

**5.3 Мішалка магнітна** (частота обертання від 200 хв<sup>-1</sup> до 400 хв<sup>-1</sup>), магнітна паличка для перемішування без кільцевого обідка обертання, покрита політетрафторетиленом (PTFE), діаметром 5 мм, завдовжки 40 мм.

**5.4 Фільтрувальна апаратура**, фільтри зі скловолокна або пластмасові мікрофільтри<sup>1)</sup>, в обох випадках із розміром пор менше ніж 1 мкм.

## 6 ВІДБИРАННЯ ТА ГОТУВАННЯ ПРОБ

### 6.1 Лабораторна проба

Для аналізування використовують лабораторну пробу з крупністю часток мінус 160 мкм, яку відбирають і готують згідно з ISO 10835.

### 6.2 Готування випробних проб

Лабораторну пробу ретельно перемішують, використовуючи немагнітні матеріали. Відбираючи багаторазово точкові проби немагнітним шпателем, відбирають випробну пробу масою не менше ніж 25 г так, щоб вона була представницькою для всього вмісту контейнера. Готують повітряно-рівноважну випробну пробу згідно з ISO 2596.

## 7 МЕТОДИКА АНАЛІЗУВАННЯ

### 7.1 Кількість визначень

Аналізують принаймні два незалежних визначання на одній повітряно-рівноважній випробній пробі згідно з додатком А.

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

### 7.2 Наважка

Відбирають кілька точкових проб, використовуючи немагнітний шпатель, зважують 0,50 г повітряно-рівноважної випробної проби (6.2) із точністю до 0,0002 г.

### 7.3 Контрольний дослід і перевіряльне випробування

Через усі стадії, паралельно з аналізуванням проби(б), виконують один контрольний дослід та одне аналізування сертифікованого еталонного матеріалу того самого виду DRI за тією самою методикою. Випробну пробу сертифікованого еталонного матеріалу готують відповідно до 6.2.

Сертифікований еталонний матеріал повинен бути того самого виду, що і проба, яку аналізують, і властивості двох матеріалів повинні бути досить близькими, щоб неминучі зміни методики аналізування у кожному випадку були незначними.

<sup>1)</sup> PVC (полівінілхлорид) або PVF (полівінілфторид) фільтри.

Якщо аналізування виконують на кількох пробах одночасно, можна використовувати результат контрольного дослід, виконаного за тією самою методикою із застосуванням реактивів із тих самих посудин.

Якщо аналізування виконують на кількох пробах одного виду DRI одночасно, можна використовувати результат аналізування одного сертифікованого еталонного матеріалу.

#### **7.4 Визначання масової частки гігроскопічної вологи**

Визначають масову частку гігроскопічної вологи згідно з ISO 2596 одночасно з відбиранням наважки (7.2) для визначання масової частки металевого заліза.

#### **7.5 Визначання**

##### **7.5.1 Розчинення металевого заліза**

Поміщують наважку (7.2) у ретельно висушену конічну колбу (5.2) ємністю 100 см<sup>3</sup>, додають 50 см<sup>3</sup> розчину бром-метанолу (4.4), накривають годинниковим склом або дефлегматором та безперервно перемішують магнітною мішалкою протягом 30 хв (див. наступний абзац) за температури 20 °С. Відфільтровують зразу ж через фільтр зі скловолокна або пластмасовий мікрофільтр (5.4) під витяжкою та збирають фільтрат у колбу всмоктувальним фільтром. Промивають фільтр метанолом (4.3) (наприклад, шість разів порціями по 5 см<sup>3</sup>), доки промивні води не стануть безбарвними (вільними від броду), потім промивають ще три рази водою для вилучення метанолу. Переливають розчин у хімічний стакан ємністю 600 см<sup>3</sup>, промитий водою.

Час розчинення 30 хв звичайно є достатнім. Для гарантування повного розчинення використовують два різних терміни розчинення. Якщо для першої наважки беруть 30 хв, то розчинення для дублікатної наважки удвічі більше, тобто 60 хв. Цю методику повторюють, збільшуючи час розчинення, поки не настане відповідність між дублікатними визначаннями.

##### **7.5.2 Визначання металевого заліза**

Додають 20 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти (4.2) у загальний фільтрат, обережно нагрівають розчин, доки не з'являться пари сірчаної кислоти, потім продовжують нагрівання до сильного виділення парів. Знімають із печі, охолоджують та додають 10 см<sup>3</sup> розчину пероксиду водню (4.5). Випарюють, доки знов не виділяться пари сірчаної кислоти. Охолоджують та повторюють окиснення пероксидом водню (броміди та метанол повинні бути повністю вилучені). Додають трохи води, обмиваючи стінки хімічного стакана, та знову нагрівають до виділення парів. Охолоджують, обережно додають до 140 см<sup>3</sup> води та 25 см<sup>3</sup> хлороводневої кислоти (4.1) та кип'ятять до розчинення солей.

За масової частки металевого заліза більше ніж 50 % розчин охолоджують, переливають кількісно у мірну колбу ємністю 200 см<sup>3</sup>, розводять до об'єму та перемішують. Відміряють 100,0 см<sup>3</sup> аліквоти у хімічний стакан ємністю 600 см<sup>3</sup>, додають 10 см<sup>3</sup> хлороводневої кислоти (4.1) та починають із додавання хлориду олова (II).

Розчин хлориду олова (II) (4.6) додають краплями, помішуючи, у киплячий розчин до знебарвлення розчину, потім додають 2 краплі додатково. Промивають стінки хімічного стакана і швидко охолоджують, розводять водою до 300 см<sup>3</sup> і додають 15 см<sup>3</sup> розчину хлориду ртуті (II) (4.7). Чекають протягом 5 хв до появи легкого закаламутнення, додають 25 см<sup>3</sup> суміші сірчано-фосфорної кислоти (4.8) і 1,0 см<sup>3</sup> розчину сульфонату дифеніламіну натрію (4.11) і титрують розчином дихромату калію (4.10), доки одна крапля не викличе зміну кольору з зеленого до пурпурного.

##### **7.5.3 Контрольний дослід**

Визначають значення контрольного дослід таким самим чином, використовуючи всі реактиви, але замість наважки додають 10 см<sup>3</sup> стандартного розчину заліза (4.9). Додають стандартний розчин заліза після додавання 25 см<sup>3</sup> хлороводневої кислоти (кінець першого абзаца у 7.5.2). Далі продовжують, як описано в третьому абзаці 7.5.2.

Відливають 1,00 см<sup>3</sup> від об'єму розчину дихромату калію, необхідного для титрування розчину контрольного дослід (0,50 см<sup>3</sup> у разі використання аліквоти випробного розчину). Результатом є значення контрольного дослід, яке віднімають від величини титрування, одержаної в 7.5.2 (див. 8.1) для наважки.



## 8 ОПРАЦЬОВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

### 8.1 Розрахування масової частки металевого заліза

Масову частку металевого заліза,  $w_{\text{MFe}}$ , у відсотках, розраховують із точністю до третього десяткового знака, використовуючи рівняння:

$$w_{\text{MFe}} = \frac{(V - V_0) \cdot 0,5585 \cdot F}{m} \cdot \frac{100}{100 - A}, \quad (1)$$

- де  $V$  — об'єм розчину дихромату калію, необхідний для аналізування проби,  $\text{см}^3$ ;  
 $V_0$  — скоректований об'єм розчину дихромату калію, необхідний для визначення значення в контрольному досліді,  $\text{см}^3$ ;  
 $m$  — маса повітряно-рівноважної наважки, г;  
 $F$  — коефіцієнт розчинення, якщо застосовують (див. другий абзац 7.5.2);  
 $A$  — масова частка гігроскопічної вологи, у відсотках, повітряно-рівноважної випробної проби визначають згідно з ISO 2596;  
0,5585 — кратне атомної маси заліза.

### 8.2 Загальне опрацювання результатів

#### 8.2.1 Відтворюваність та допустимі відхили

Похибку аналітичного методу визначають за такими регресивними рівняннями<sup>2)</sup>:

$$R_d = 0,495; \quad (2)$$

$$P = 0,0067X + 0,9251; \quad (3)$$

$$\sigma_d = 0,175; \quad (4)$$

$$\sigma_L = 0,0024X + 0,3080, \quad (5)$$

- де  $X$  — масова частка металевого заліза у випробній пробі, виражена у відсотках, розрахована так:  
— для рівнянь (2) та (4) середнє арифметичне значення паралельних визначань, виконаних в одній лабораторії;  
— для рівнянь (3) та (5) середнє арифметичне значення кінцевих результатів визначань (8.2.5), виконаних у двох лабораторіях;  
 $R_d$  — допустимий відхил між результатами паралельних визначань, виконаних в одній лабораторії;  
 $P$  — допустимий відхил між результатами визначань, виконаних у різних лабораторіях;  
 $\sigma_d$  — середній квадратичний відхил результатів паралельних визначань, виконаних в одній лабораторії;  
 $\sigma_L$  — середній квадратичний відхил результатів визначань, виконаних у різних лабораторіях.

#### 8.2.2 Визначання аналітичного результату

Обчислені незалежні паралельні результати згідно з рівнянням (1) порівнюють із незалежним допустимим відхилом ( $R_d$ ) за методикою, наведеною у додатку А.

#### 8.2.3 Міжлабораторна похибка

Міжлабораторну похибку використовують для визначання відповідності між кінцевими результатами, виконаними у двох лабораторіях. Припускають, що обидві лабораторії використовують ту саму методику, що описана у 8.2.2.

Розраховують таку величину:

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

- де  $\mu_1$  — кінцевий результат, одержаний лабораторією 1;  
 $\mu_2$  — кінцевий результат, одержаний лабораторією 2;  
 $\mu_{1,2}$  — середнє арифметичне значення кінцевих результатів.  
Якщо  $|\mu_1 - \mu_2| \leq P$  (див. 8.2.1), кінцеві результати перебувають у відповідності.

<sup>2)</sup> Додаткову інформацію наведено у додатках В і С.

### 8.2.4 Перевіряння вірогідності

Вірогідність методу аналізування перевіряють на сертифікованому еталонному матеріалі (CRM) або еталонному матеріалі (RM). Методика така сама, що й описана вище. Після підтвердження точності кінцевий лабораторний результат порівнюють з еталонним або сертифікованим значенням  $A_C$ . Можливі два варіанти:

- a)  $|\mu_C - A_C| \leq C$ , у цьому разі відмінність між одержаним результатом і еталонним/сертифікованим значенням статистично незначна;
- b)  $|\mu_C - A_C| > C$ , у цьому разі відмінність між одержаним результатом і еталонним/сертифікованим значенням статистично значна;

де  $\mu_C$  — кінцевий результат для сертифікованого еталонного матеріалу;

$A_C$  — сертифіковане/еталонне значення для CRM/RM;

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

Сертифіковані еталонні матеріали, що використовують для перевіряння, повинні бути підготовані і сертифіковані згідно з ISO Guide 35:2006 Reference materials — General and statistical principles for certification (Еталонні зразки. Загальні і статистичні принципи для сертифікації).

Для CRM, сертифікованих за міжлабораторною випробувальною програмою:

$$C = 2 \left[ \sigma_L^2 + \frac{\sigma_d^2}{n} + V(A_C) \right]^{1/2},$$

де  $V(A_C)$  — варіація сертифікованого значення  $A_C$  (дорівнює 0 для CRM сертифікованих тільки однією лабораторією);

$n$  — кількість повторних визначань, виконаних на CRM/RM.

CRM, сертифікований лише однією лабораторією, не треба використовувати, доки не стане відомо, що сертифіковане значення не містить систематичної похибки.

### 8.2.5 Розраховування кінцевого результату

Кінцевий результат — середнє арифметичне вибраних аналітичних значень для випробної проби або проби, одержаної під час виконання операцій, зазначених у додатку А, розраховують із точністю до третього десяткового знака й зводять із точністю до першого десяткового знака так:

- a) якщо цифра в другому десятковому розряді менша ніж 5, її відкидають і цифру в першому десятковому розряді залишають без зміни;
- b) якщо цифра в другому десятковому розряді 5 і цифра у третьому десятковому розряді відмінна від 0 або якщо цифра в другому десятковому розряді більша ніж 5, цифру в першому десятковому розряді збільшують на одиницю;
- c) якщо цифра в другому десятковому розряді 5 і цифра у третьому десятковому розряді 0, 5 відкидають і цифру в першому десятковому розряді залишають без зміни, якщо це 0, 2, 4, 6 або 8, та збільшують на одиницю, якщо це 1, 3, 5, 7 або 9.

## 9 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАННЯ

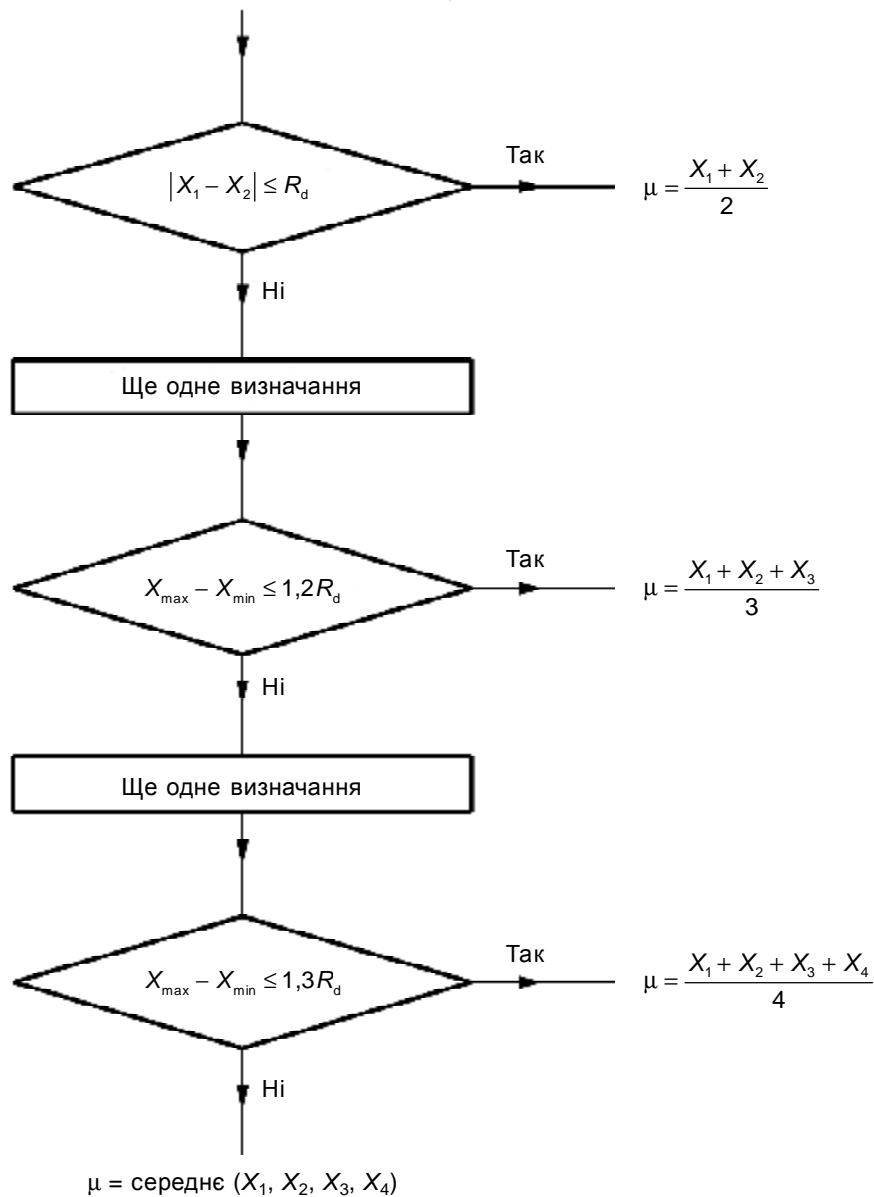
Протокол випробування має містити таку інформацію:

- a) назву й адресу випробувальної лабораторії;
- b) дату складання протоколу випробування;
- c) посилання на цей стандарт;
- d) деталі, які необхідні для ідентифікування проби;
- e) результат аналізувань;
- f) реєстраційний номер результату;
- g) зауваги, що виникли під час визначання, і будь-які операції, не передбачені цим стандартом, що могли б вплинути на результат або випробної проби, або сертифікованого еталонного матеріалу(-ів).

ДОДАТОК А  
(обов'язковий)

**СХЕМА МЕТОДИКИ ВИБИРАННЯ АНАЛІТИЧНИХ ЗНАЧЕНЬ  
ДЛЯ ВИПРОБНИХ ПРОБ**

Починають із незалежних паралельних результатів



$R_d$  відповідно до 8.2.1.

ДОДАТОК В  
(довідковий)

**ВИВЕДЕННЯ РІВНЯНЬ ЗА ВІДТВОРЮВАНІСТЮ  
ТА ДОПУСТИМИМИ ВІДХИЛАМИ**

Рівняння регресії у 8.2.1, одержані за статистичною оцінкою результатів міжнародних аналітичних випробувань, проведених у 1976 та 1977 роках на шести пробах DRI, у 40 лабораторіях 12 країн. Графічне оброблення даних похибки подано у додатку С. Проби, що їх використано під час випробувань, вказано у таблиці В.1.

Таблиця В.1 — Масові частки металевого заліза випробних проб

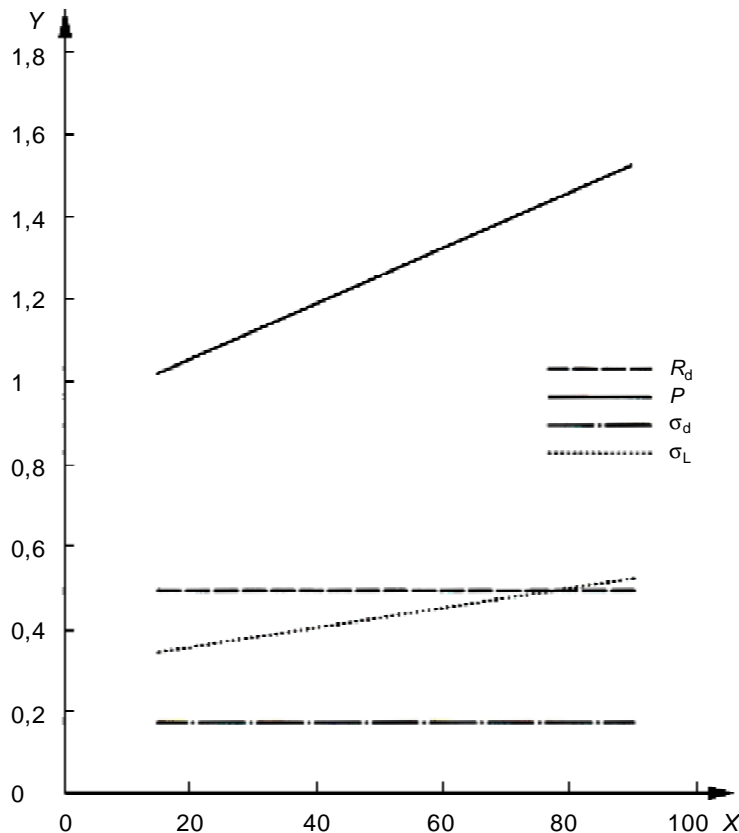
Проба	Країна	Масова частка металевого заліза, %
76—25	Нова Зеландія	15,1
76—26	Швеція	30,3
76—27	Бразилія	71,0
76—28	Німеччина	86,8
76—29	США	76,1
76—30	Канада	89,1

**Примітка 1.** Звіти про міжнародні випробування та статистичне аналізування результатів (Документ ISO/TC 102/SC 2 № 502 E, червень 1978) зберігають або у Секретаріаті ISO/TC 102/SC 2, або у Секретаріаті ISO/TC 102.

**Примітка 2.** Статистичне аналізування виконано згідно з вимогами ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods of results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (Точність результатів (відтворність та збіжність) методів вимірювання. Частина 2. Основний метод для визначення повторюваності та відтворюваності стандартного методу випробування).

ДОДАТОК С  
(довідковий)

**ІНФОРМАЦІЯ ПРО ПОХИБКИ, ОДЕРЖАНА ПІД ЧАС МІЖНАРОДНИХ АНАЛІТИЧНИХ ВИПРОБОВУВАНЬ**



**Примітка.** На рисунку С.1 графічно зображено рівняння, наведені у 8.2.1.

Умовні позначки:

X — масова частка металевого заліза, %;

Y — похибка, %.

**Рисунок С.1** — Залежність похибок від масової частки металевого заліза, X, одержаних методом найменших квадратів

ДОДАТОК D  
(довідковий)**ВИЗНАЧЕННЯ СТУПЕНЯ МЕТАЛІЗАЦІЇ**

Ступінь металізації, у відсотках, є розрахунковим значенням, за допомогою якого характеризують залізо прямого відновлювання.

Це можна розраховувати, використовуючи такі рівняння:

$$\text{Ступінь металізації} = \frac{W_{\text{MFe}}}{W_{\text{Fe}}} \cdot 100,$$

- де  $W_{\text{MFe}}$  — масова частка металевого заліза, у відсотках, як визначено у 8.2.5;  
 $W_{\text{Fe}}$  — загальна масова частка заліза, у відсотках, як визначено за методикою в ISO 2597-1 (або рівноцінному).

ДОДАТОК E  
(довідковий)**ДЕЗАКТИВАЦІЯ ВІДПРАЦЬОВАНИХ  
АНАЛІТИЧНИХ РОЗЧИНІВ**

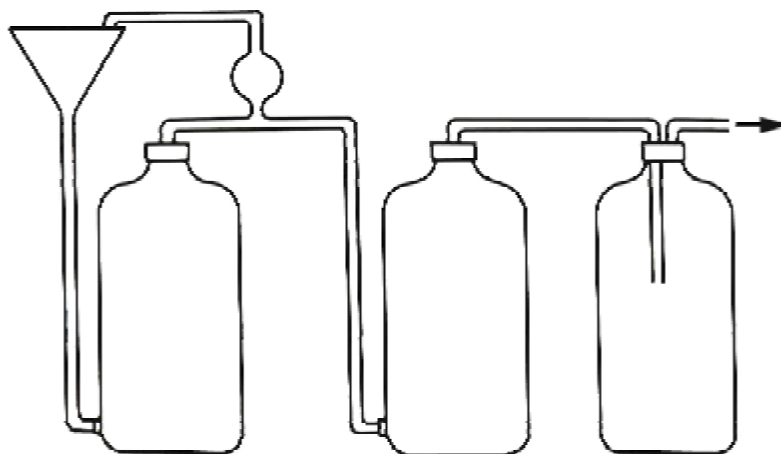
Щоб уникнути потрапляння ртуті у навколишнє середовище, яка міститься у відпрацьованих розчинах після визначання заліза, такі розчини необхідно збирати й обробляти з вилучанням із них вмісту ртуті.

Відповідна система оброблення може бути така.

З'єднують три десятилітрові пластмасові посудини, як показано на рисунку E.1. (Щоб звести до мінімуму ризик підвищення тиску у разі інтенсивної реакції, у з'єднувальну трубку вставляють розширювальну камеру.) Перші дві посудини вміщують кожна по 3 кг алюмінію або залізні прутики, щоб викликати електрохімічне осадження ртуті.

Розчин, що виливають із третьої посудини, перед остаточним відкиданням подають у посудину для нейтралізації. Накопичений ртутний осад і збагачений декантацією періодично вилучають перед відправленням на фабрику для вилучення ртуті. Алюмінієві або залізні прутики за необхідності замінюють.

Посилання: ANSMANN, W. Arch. Eisenschuttenw, 53(10), 1982:390.



**Рисунок E.1** — Апаратура для вилучення ртуті з відпрацьованих розчинів

Код УКНД 73.060.10

**Ключові слова:** визначання масової частки, металеве залізо, металомісткі мінерали, мінерали та руди, руди залізні, хімічне аналізування.

---

Редактор **Н. Кунцевська**  
Технічний редактор **О. Касіч**  
Коректор **І. Недогарко**  
Верстальник **Р. Дученко**

---

Підписано до друку 12.05.2010. 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, серія ДК, № 1647