ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53657— 2009

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

Метод определения железа (II) в пересчете на оксид

Издание официальное

БЗ 3—2009/115

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 378 «Руды железные, марганцевые и хромовые»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 декабря 2009 г. № 1022-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений международного стандарта ИСО 9035:1989 «Руды железные. Определение содержания кислоторастворимого железа (II) титриметрическим методом» (ISO 9035:1989 «Minerals de fer. Dosage du fer (II) soluble dans l'acide. Methode titrimetrique»)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2010

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

Метод определения железа (II) в пересчете на оксид

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets.
Method for determination of divalent iron calculated as ferrous oxide

Дата введения — 2010—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на железные руды, концентраты, агломераты и окатыши, не содержащие сернистых соединений, и устанавливает титриметрический метод определения двухвалентного железа при массовой доле от 0,5 % до 45 % в пересчете на оксид.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-3—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 52361—2005 Контроль объекта аналитический. Термины и определения

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019—79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.003—91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.049—80 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие эргономические требования

ГОСТ 12.3.002—75 Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности

Издание официальное

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4201—79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4463—76 Реактивы. Натрий фтористый. Технические условия

ГОСТ 4518—75 Реактивы. Аммоний фтористый. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 15054—80 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения содержания влаги

ГОСТ 23581.0—80 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Общие требования к методам химического анализа

ГОСТ 23581.11—79 Руды железные, концентраты и агломераты. Метод определения содержания железа металлического

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) документом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 52361 и ГОСТ Р 8.563, а применительно к контролю точности — по ГОСТ Р ИСО 5725-1.

4 Общие требования

- к воздуху рабочей зоны — по ГОСТ 12.1.005;
- к электробезопасности — по ГОСТ 12.1.019;
- к оборудованию производственному (общие требования) — по ГОСТ 12.2.003;
- к оборудованию производственному (эргономические требования) — по ГОСТ 12.2.049;
- к производственным процессам — по ГОСТ 12.3.002;
- к пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004;
- к вентиляционным системам — по ГОСТ 12.4.021.

5 Сущность метода

Метод определения двухвалентного железа в пересчете на оксид (II) основан на растворении пробы в соляной кислоте в атмосфере инертного газа, добавлении смеси серной и фосфорной кислот и титровании железа (II) эталонным раствором калия двухромовокислого в присутствии индикатора дифениламиносульфоната натрия.

6 Оборудование, реактивы, растворы и требования к ним

Для проведения анализа применяют:

- электроплиты, обеспечивающие температуру нагрева до 250 °С;
- дистилляторы, обеспечивающие получение качества дистиллированной воды по ГОСТ 6709;
- шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру не менее (100 ± 5) °С;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104 [высокого (II) класса точности] или другого типа, обеспечивающие погрешность взвешивания не более ± 0,2 мг;
- стаканы лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336 вместимостью 100 и 500 $см^3$;
- колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 250 и 500 $см^3$;
- цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 25, 50, 100 $см^3$;
- пипетки градуированные по ГОСТ 29227 вместимостью 5 $см^3$;
- бюретки по ГОСТ 29251 вместимостью 25 или 50 $см^3$;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1, 1:9;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 2:1;
- смесь кислот: к 800 $см^3$ воды приливают 100 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают, затем добавляют 100 $см^3$ ортофосфорной кислоты;
- аммония фторид по ГОСТ 4518, раствор 400 г/$дм^3$ (хранят в полиэтиленовом сосуде);
- калий двухромовокислый по ГОСТ 4220. Если калий двухромовокислый имеет квалификацию ч.д.а, его необходимо перекристаллизовать следующим образом: 100 г калия двухромовокислого растворяют в 150 $см^3$ воды при нагревании до кипения. Энергично размешивая, раствор выливают тонкой струей в фарфоровую чашку для получения мелких кристаллов. Охлаждают раствор водой со льдом и выпавшие кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на воронке с пористой стеклянной пластинкой, сушат 2—3 ч при температуре (100 ± 5) °С, растирают в порошок и окончательно высушивают при температуре от 180 °С до 200 °С в течение 10—12 ч;
- натрий фтористый по ГОСТ 4463;
- натрия гидрокарбонат по ГОСТ 4201 и раствор 40 г/$дм^3$;
- дифениламин-4-сульфокислоты натриевую соль (дифениламиносульфонат натрия), индикатор по [1], раствор с массовой концентрацией 0,8 г/$дм^3$: 0,8 г дифениламиносульфоната натрия растворяют в 100 $см^3$ воды. После приготовления раствор следует хранить в склянке из темного стекла.

Примечания

1 Допускается вместо дифениламиносульфоната натрия использовать дифениламиносульфонат бария.

2 Допускается использование других видов оборудования и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками, не уступающими стандартизованным (проверка точности по результатам внутрилабораторного контроля с применением стандартных образцов состава).

7 Подготовка к проведению анализа

7.1 Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 15054.

7.2 Приготовление стандартных растворов

Титрованные растворы калия двухромовокислого: 3,4122 г (раствор А) или 1,3649 г (раствор Б) калия двухромовокислого, высушенного при температуре от 140 °С до 150 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 300 $см^3$ и растворяют в 100 $см^3$ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б соответствует 0,002 г оксида железа (II). 1 $см^3$ раствора А соответствует 0,005 г оксида железа (II).

При приготовлении титрованного раствора из неперекристаллизованного калия двухромовокислого, квалификации ниже ч.д.а, титр его необходимо установить по стандартным образцам, аттестованным на массовую долю Fe (II) в соответствии с ГОСТ 8.315, близких по химическому составу к анализируемым пробам, проводя их через весь ход анализа (см. 8.1—8.3)

8 Проведение анализа

8.1 Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 1,000 г при массовой доле железа (II) до 2,5 % в пересчете на оксид, 0,500 г при массовой доле от 2,5 % до 5 % или 0,250 г при массовой доле более 5 % помещают в коническую колбу вместимостью 250 или 500 см^3, прибавляют 0,5 г фторида натрия или 1 см^3 раствора фторида аммония и 1—2 г гидрокарбоната натрия, приливают 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 2:1, или 30 см^3 соляной кислоты (ρ = 1,19 г/см^3). После этого быстро закрывают колбу пробкой с отводной трубкой. Вместо отводной трубки для изоляции раствора от воздуха можно использовать клапан Бунзена или гидрозатвор любой конструкции, заполненный содовым раствором (например, насадку Конта—Геккеля). Конец отводной трубки помещают в стакан вместимостью 100 см^3, содержащий 20—30 см^3 раствора гидрокарбоната натрия. Содержимое колбы быстро нагревают до кипения и слабо кипятят до полного разложения навески.

При растворении не допускается прекращение кипения во избежание засасывания раствора гидрокарбоната натрия и попадания воздуха в реакционную колбу.

8.2 После растворения, не вынимая отводной трубки из стакана с раствором гидрокарбоната натрия, колбу снимают с плиты и быстро охлаждают.

При охлаждении раствор гидрокарбоната натрия засасывается в колбу. После охлаждения раствора колбу открывают, промывают трубки водой, приливают 100 см^3 смеси кислот, разбавляют водой до объема 300 см^3 (или 150 см^3), добавляют 2 см^3 раствора дифениламиносульфоната натрия и титруют раствором калия двухромовокислого до момента изменения окраски раствора из зеленой или синевато-зеленой до фиолетовой, устойчивой в течение нескольких секунд.

При массовой доле оксида железа (II) в анализируемом материале до 15 % при титровании используют раствор Б, при массовой доле оксида железа (II) более 15 % — раствор А.

Одновременно через все стадии анализа проводят холостой опыт.

8.3 При содержании в пробе металлического железа анализ проводят следующим образом: навеску, масса которой указана в 8.1, помещают в коническую колбу вместимостью 250 или 500 см^3, прибавляют 0,1 г гидрокарбоната натрия, 10—15 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:9, накрывают часовым стеклом, нагревают до кипения и кипятят в течение 5 мин. Затем в колбу прибавляют 0,5 г фторида натрия, 2 г гидрокарбоната натрия и далее продолжают, как указано в 8.1 и 8.2. Металлическое железо определяют по ГОСТ 23581.11, результат пересчитывают на оксид железа (II) и вносят поправку в результат определения железа (II).

9 Обработка результатов

9.1 Массовую долю железа (II) в пересчете на оксид железа X, в процентах, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C(V - V_1)K}{m} 100, \quad (1)$$

где C — массовая концентрация раствора калия двухромовокислого (титранта) по оксиду железа (II), г/см^3;

V — объем раствора титранта, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем раствора титранта, израсходованный на титрование раствора холостого опыта, см^3;

m — масса навеска пробы, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли оксида железа (II) на массовую долю его в сухом материале (см. ГОСТ 23581.0).

9.2 Массовую долю железа (II) в пересчете на оксид X, в процентах, в пробах, содержащих металлическое железо, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C(V - V_1)K}{m} 100 - 1,29\, X_1, \quad (2)$$

где 1,29 — коэффициент пересчета железа металлического на оксид железа (II);

X_1 — массовая доля металлического железа, %.

9.3 За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов определений, полученных в условиях повторяемости (результаты получают одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования, в пределах короткого промежутка времени), если они удовлетворяют нормативам контроля качества результатов и метрологическим характеристикам, приведенным в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 — Значения нормативов контроля качества результатов анализа

В процентах

Массовая доля железа (II) в пересчете на оксид	Предел повторяемости r	Критический диапазон $CR_{0,95(4)}$, при $P = 0,95$	Предел воспроизводимости R, при $P = 0,95$	Норматив контроля процедуры выполнения измерений $K_П$, при $P = 0,95$	Норматив контроля внутрилабораторной прецизионности $R_л$, при $P = 0,95$
От 0,5 до 1,0 включ.	0,07	0,10	0,11	0,05	0,09
Св. 1,0 » 2,0 »	0,11	0,14	0,15	0,08	0,13
» 2,0 » 5,0 »	0,17	0,23	0,24	0,12	0,20
» 5,0 » 10 »	0,23	0,30	0,33	0,16	0,28
» 10 » 20 »	0,4	0,5	0,5	0,2	0,4
» 20 » 50 »	0,5	0,7	0,8	0,4	0,7

Таблица 2 — Значения показателей точности, воспроизводимости и прецизионности методики

В процентах

Массовая доля железа (II) в пересчете на оксид	Показатель точности, предел допускаемой погрешности ± Δ, при $P = 0,95$	Показатель воспроизводимости σ_R	Показатель повторяемости σ_r	Показатель внутрилабораторной прецизионности $\sigma_{Rл}$
От 0,5 до 1,0 включ.	0,08	0,039	0,027	0,033
Св. 1,0 » 2,0 »	0,11	0,055	0,039	0,046
» 2,0 » 5,0 »	0,17	0,088	0,062	0,074
» 5,0 » 10 »	0,24	0,12	0,084	0,10
» 10 » 20 »	0,4	0,18	0,13	0,15
» 20 » 50 »	0,5	0,28	0,20	0,24

Процедуру проверки приемлемости результатов анализа проводят, руководствуясь рекомендациями [2].

Результаты признают удовлетворительными, если соблюдается условие

$$|X_1 - X_2| \le r, \quad (3)$$

где X_1 и X_2 — результаты параллельных определений;

r — значение предела повторяемости (см. таблицу 1).

Если расхождение результатов параллельных определений превышает значение r, нормированное в методике анализа, проводят еще два параллельных определения.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов четырех определений, если выполняется условие:

$$(X_{max} - X_{min}) \le CR_{0,95(4)}, \quad (4)$$

где X_{max} и X_{min} — максимальное и минимальное значения результатов четырех определений;

$CR_{0,95}$ (4) — критический диапазон для числа определений *n*, равного 4, который приведен в таблице 1.

Если диапазон результатов четырех определений ($X_{max} - X_{min}$) превышает $CR_{0,95}$ (4), за результат анализа принимают медиану результатов четырех определений: отбрасывают наименьший X_{min} и наибольший X_{max} результаты и вычисляют среднеарифметическое двух оставшихся результатов определений $\frac{X_2 + X_3}{2}$.

9.4 Результаты анализа представляют числовым значением, которое должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и числовое значение показателя точности, предела допускаемой погрешности Δ при P = 0,95, гарантируемого при применении метода анализа, установленного настоящим стандартом (см. таблицу 2).

10 Точность

10.1 Значения показателей точности, воспроизводимости и прецизионности (оцененные в соответствии с рекомендациями [3]), а также значения пределов повторяемости, воспроизводимости и нормативы контроля результатов анализа в зависимости от массовой доли определяемого элемента приведены в таблицах 1 и 2.

10.2 Контроль точности и стабильности результатов выполняют в соответствии с приложением А.

Приложение А
(рекомендуемое)

Рекомендуемый порядок контроля точности и стабильности результатов при реализации методик анализа в лаборатории

Контроль точности результатов анализа включает в себя контроль повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, правильности и воспроизводимости.

Объем и периодичность проведения отдельных видов контроля устанавливают в каждой лаборатории в зависимости от количества выполняемых определений каждого элемента, характера и состояния аналитических работ (смена реактивов, растворов, аппаратуры, длительный перерыв в работе и т. д.), руководствуясь рекомендациями [4], [5] и [6].

При неудовлетворительных результатах контроля процедуру контроля точности анализа повторяют. При повторном получении отрицательных результатов выясняют причины неудовлетворительных результатов контроля и устраняют их.

А.1 Оперативный контроль повторяемости

Образцами для контроля являются анализируемые пробы.

Норматив контроля — предел повторяемости r для результатов n параллельных определений ($n = 2$) или критический диапазон $CR_{0,95(4)}$ (см. таблицу 1).

Для контроля повторяемости сравнивают расхождения результатов параллельных определений, полученных при анализе пробы, с нормативом.

А.2 Оперативный контроль внутрилабораторной прецизионности

Образцами для контроля являются анализируемые пробы.

Норматив контроля — предел внутрилабораторной прецизионности $R_л$ (см. таблицу 1).

Для контроля внутрилабораторной прецизионности сравнивают два результата анализа одной и той же пробы, полученные одним и тем же методом в соответствии с настоящим стандартом в разных условиях (время, калибровка, оператор, оборудование, реактивы) в пределах лаборатории.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le R_л, \qquad (А.1)$$

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ — результаты анализа пробы;

$R_л$ — значение предела внутрилабораторной прецизионности.

Предел внутрилабораторной прецизионности не превышает предела воспроизводимости R, нормированного в методике анализа, и оценивается лабораторией в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-3 или ГОСТ Р ИСО 5725-6.

А.3 Оперативный контроль правильности

Контроль правильности проводят при помощи стандартных образцов состава железной руды или концентрата или по альтернативному (независимому) методу.

Норматив контроля процедуры выполнения измерений $K_п$ приведен в таблице 1.

А.3.1 Оперативный контроль правильности по стандартным образцам

Образцами для контроля являются стандартные образцы, разработанные согласно ГОСТ 8.315, близкие по составу к анализируемым пробам настолько, чтобы изменения методики не требовалось, и, по возможности, близкие к пробам по массовой доле определяемого элемента.

Анализ стандартного образца состава железной руды или концентрата проводят одновременно с анализом проб в соответствии с настоящим стандартом.

Результат анализа стандартного образца сравнивают с аттестованной характеристикой элемента в стандартном образце.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия

$$|\overline{X} - X_{ат}| \le K_П, \qquad (А.2)$$

где $\overline{X}$ — результат определения массовой доли элемента в стандартном образце, полученный из результатов n единичных определений;

$X_{ат}$ — аттестованное значение массовой доли элемента в стандартном образце;

$K_П$ — норматив контроля процедуры выполнения измерений (см. таблицу 1).

А.3.2 Оперативный контроль правильности по альтернативному (независимому) методу

Результаты анализа одних и тех же проб, полученные по двум принципиально различающимся стандартизованным методам или по какому-либо другому аттестованному методу, имеющему погрешность, не превышающую погрешность стандартизованного метода, сравнивают.

Норматив контроля рассчитывают в соответствии с рекомендациями [4].

А.4 Оперативный контроль воспроизводимости

Контроль воспроизводимости проводят при возникновении спорных ситуаций:

- между двумя лабораториями;
- при проверке совместимости результатов определений, полученных при сравнительных испытаниях (при проведении аккредитации лабораторий и инспекционного контроля).

Образцами для контроля являются анализируемые пробы.

Норматив контроля — критическая разность $CD_{0,95}$ согласно настоящему стандарту.

Для контроля воспроизводимости сравнивают результаты анализа одной и той же пробы, выполненные одним и тем же методом, на идентичных объектах испытаний, разными операторами, с использованием различного оборудования в соответствии с настоящим стандартом, в разных лабораториях.

Приемлемость результатов анализа, полученных в условиях воспроизводимости, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| < CD_{0,95}, \quad (A.3)$$

где $\overline{X}_1$ и $\overline{X}_2$ — результаты определения массовой доли компонента, полученные в первой и второй лабораториях соответственно.

Значения критической разности $CD_{0,95}$ вычисляют по формулам (А.4) — (А.6) в том случае, когда результаты анализа рассчитаны: как среднеарифметическое результатов двух параллельных определений в обеих лабораториях — по формуле (А.4); как среднеарифметическое результатов двух параллельных определений в первой лаборатории и среднеарифметическое результатов четырех определений во второй лаборатории — по формуле (А.5); как среднеарифметическое результатов четырех определений в обеих лабораториях — по формуле (А.6):

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - 0{,}5r^2}; \quad (A.4)$$

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - 0{,}63r^2}; \quad (A.5)$$

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - 0{,}75r^2}, \quad (A.6)$$

где R — предел воспроизводимости, нормированный в методике анализа (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$) (см. таблицу 1);

r — предел повторяемости, нормированный в методике анализа (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$) (см. таблицу 1).

Значения критической разности $CD_{0,95}$ вычисляют по формулам (А.7) и (А.8) в том случае, когда результаты анализа рассчитаны: как среднеарифметическое результатов двух параллельных определений в первой лаборатории и как медиана во второй лаборатории — по формуле (А.7); как среднеарифметическое результатов четырех определений в первой лаборатории и как медиана во второй лаборатории — по формуле (А.8):

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - 0{,}60r^2}; \quad (A.7)$$

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - 0{,}73r^2}. \quad (A.8)$$

Значения критической разности $CD_{0,95}$ вычисляют по формуле (А.9), когда результаты анализа рассчитаны как медиана в обеих лабораториях:

$$CD_{0,95} = \sqrt{R^2 - 0{,}70r^2}. \quad (A.9)$$

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата анализа, выполненные двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их общее среднеарифметическое.

В противном случае выясняют причины наличия противоречий между результатами двух лабораторий (наличие систематической ошибки анализа в одной из лабораторий, различие между испытуемыми пробами) и применяют необходимые корректирующие меры (совместный отбор и подготовка пробы, участие референтной лаборатории и др.) в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункты 5.3.3 и 5.3.4).

А.5 Контроль стабильности результатов анализа в пределах лаборатории

Контроль стабильности показателей прецизионности и правильности результатов анализа в лаборатории разрешается проводить по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 6) или по рекомендациям [4], [5] и [6].

Библиография

[1] Технические условия ТУ 6-09-07-398—84 — Дифениламиносульфонат натрия (дифениламин-4-сульфокислоты натриевая соль, индикатор)

[2] Рекомендация МИ 2881—2004 — Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа

[3] Рекомендация МИ 2336—2002 — Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки

[4] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 76—2004 — Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

[5] Рекомендация МИ 2335—2003 — Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

[6] Отраслевой стандарт ОСТ 41-08-214—2004 — Внутренний лабораторный контроль точности (правильности и прецизионности) результатов количественного химического анализа

УДК 622.341.1:546.712—31.06:006.354 ОКС 73.060.10 А39

Ключевые слова: железные руды, железорудные концентраты, железорудные агломераты, железорудные окатыши, железо, испытание

Редактор *Н.О. Грач*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 01.03.2009. Подписано в печать 30.03.2010. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 111 экз. Зак. 239.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru