



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

---

## РУДИ ЗАЛІЗНІ

Визначення миш'яку спектрофотометричним методом  
із застосуванням молібденової сині  
(ISO 7834:1987, IDT)

ДСТУ ISO 7834:2008

*Видання офіційне*

БЗ № 3–2008/81

Київ  
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ  
2010

## ПЕРЕДМОВА

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

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

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 4 березня 2008 р. № 86 з 2010–01–01 зі зміною, внесеною наказом Держспоживстандарту України від 27 березня 2009 р. № 124

3 Національний стандарт відповідає ISO 7834:1987 Iron ores — Determination of arsenic content — Molybdenum blue spectrophotometric method (Руди залізні. Визначення миш'яку спектрофотометричним методом із застосуванням молібденової сині)

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

## НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 7834:1987 Iron ores — Determination of arsenic content — Molybdenum blue spectrophotometric method (Руди залізни. Визначення миш'яку спектрофотометричним методом із застосуванням молібденової сині).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 9 «Руди залізни 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 648:1977 та ISO 1042:1983 в Україні впроваджено як національні стандарти.

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 залізни. Методи відбирання і готування проб).

ISO 3082:2000 в Україні впроваджено як національний стандарт ДСТУ 4574:2006.

Метод, поданий у цьому стандарті, можна застосовувати як арбітражний.

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

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

РУДИ ЗАЛІЗНІ

Визначення миш'яку спектрофотометричним методом  
із застосуванням молібденової сині

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ

Определение мышьяка спектрофотометрическим методом  
с применением молибденовой сини

IRON ORES

Determination of arsenic content  
molybdenum blue spectrophotometric method

Чинний від 2010-01-01

**ЗАСТОРОГА!** Звернути увагу на токсичну природу миш'яку і його розчинів та інших реактивів, що використовують у цьому методі, їх потрібно відбирати з особливою увагою під час оброблення та вилучення розчинів.

**1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ**

Цей стандарт установлює спектрофотометричний метод із застосуванням молібденової сині для визначення масової частки миш'яку в залізних рудах.

Цей метод застосовують для визначення концентрації миш'яку в межах від 0,0001 % до 0,1 % (від 1 мкг/г до 1000 мкг/г) у природних залізних рудах, залізорудних концентратах та грудкованих матеріалах, включаючи агломерати.

**2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ**

Наведені нижче нормативні документи містять положення, які становлять положення цього стандарту. На час опублікування цього стандарту зазначені нормативні документи були чинні.

Усі нормативні документи підлягають перегляду, тому учасникам угод, що базуються на цьому стандарті, необхідно визначити можливість застосовувати найновіші видання нормативних документів, наведених нижче. Члени IEC та ISO впорядковують каталоги чинних міжнародних стандартів.

ISO 648 Laboratory glassware — One-mark pipettes

ISO 1042 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks

ISO 3081 Iron ores — Increment sampling — Manual method

ISO 3082 Iron ores — Increment sampling and sample preparation — Mechanical method

ISO 3083 Iron ores — Preparation of samples — Manual method

ISO 7764 Iron ores — Preparation of predried test samples for chemical analysis.

**НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ**

ISO 648 Лабораторний скляний посуд. Піпетки з однією позначкою

ISO 1042 Лабораторний скляний посуд. Мірні колби з однією позначкою

ISO 3081 Руди залізнi. Вiдбирання точкових проб. Ручний метод  
ISO 3082 Руди залізнi. Вiдбирання та готування точкових проб. Механiчний метод  
ISO 3083 Руди залізнi. Готування проб. Ручний метод  
ISO 7764 Руди залізнi. Готування попередньо висушених випробних проб для хiмiчного аналізу (Чинний ДСТУ ISO 7764:2008).

### 3 СУТЬ МЕТОДУ

Наважку розкладають спiканням iз пероксидом натрiю i вилуговують водою та хлороводновою кислотою.

Розчин переносять у дистильцiйну колбу, випарюють частину розчину, обробляють бромiдом калiю та сульфатом гiдразину з наступним регулюванням кислотностi. Дистильцують трихлорид миш'яку азотною кислотою та збирають дистильат.

Щоб сформуванати з'єднання миш'яково-молiбденової синi, випарюють до сухого стану та спiкають за регульованої температури з наступним обробленням реактивом гiдразину-молiбдату амонiю. Спектрофотометричне вимiрювання оптичної щiльностi до 840 нм.

### 4 РЕАКТИВИ

Пiд час аналізуваннн використовують реактиви лише вiдповiдної аналітичної чистоти i лише деiонiзовану воду або воду еквiвалентної чистоти.

**Примiтка.** У випробних пробах для того, щоб одержати стiйкi значеннн за низьких рiвнiв масової частки миш'яку (< 20 мкг/г), реактиви добирають або очищують так, щоб значеннн оптичної щiльностi контрольного дослiду вимiрювалися в камерах 20 мм оптичної траекторiї, яка не перевищувала б 0,025, що еквiвалентно 1 мкг миш'яку. Зокрема, азотна кислота може потребувати повторного переганннн або застосуваннн методики регулярного очищеннн обладнаннн (5.2).

**4.1 Пероксид натрiю** ( $\text{Na}_2\text{O}_2$ ), тонко подрiбнений порошок.

**4.2 Бромiд калiю** (KBr).

**4.3 Сульфат гiдразину** ( $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ ).

**4.4 Кислота хлороводнева** (густиною вiд 1,16 г/см<sup>3</sup> до 1,19 г/см<sup>3</sup>).

**4.5 Кислота азотна** (густиною 1,4 г/см<sup>3</sup>), розведена 1:1.

**4.6 Кислота сiрчана** (густиною 1,84 г/см<sup>3</sup>), вiльна вiд фосфору.

**4.7 Молiбдат амонiю**  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ , 10 г/дм<sup>3</sup>, розчин.

У хiмiчний стакан ємностiю 1 дм<sup>3</sup>, що мiстить 400 см<sup>3</sup> води, обережно додають помiшуючи 133 см<sup>3</sup> сiрчаної кислоти (4.6). Охолоджують, додають (10 ± 0,1) г молiбдату амонiю та розчиняють пiд час перемiшуваннн. Переносять у мiрну колбу ємностiю 1 дм<sup>3</sup> або закритий вимiрювальний цилiндр, розводять до позначки водою та перемiшують.

**4.8 Сульфат гiдразину** ( $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ ), 0,15 г/дм<sup>3</sup>, розчин.

**4.9 Гiдразин-молiбдат реактив**

У мiрну колбу ємностiю 100 см<sup>3</sup>, що мiстить 70 см<sup>3</sup> води, додають (10 ± 0,1) см<sup>3</sup> розчину молiбдату амонiю (4.7) i 10 см<sup>3</sup> розчину сульфату гiдразину (4.8). Розводять до позначки водою та перемiшують. Для кожних серiй випробовуваннн готують свiжий реактив.

**4.10 Миш'як, стандартний розчин А**, 200 мкг/см<sup>3</sup>.

Декiлька сотень мiліграмiв триоксиду миш'яку ( $\text{As}_2\text{O}_3$ ) сушать за температури 105 °С протягом 1 год. Розчиняють 0,132 г сухого продукту у 2 см<sup>3</sup> розчину гiдроксиду натрiю з концентрацiєю 40 г/дм<sup>3</sup>, додають 30 см<sup>3</sup> води, нейтралiзують сiрчаною кислотою (4.6), розведеною 1:9, використовуючи метиловий оранжевий iндикатор, i додають 4 г гiдроксиду карбонату натрiю. Розводять у мiрній колбi до 500 см<sup>3</sup> водою i перемiшують.

1 см<sup>3</sup> стандартного розчину миш'яку А мiстить 200 мкг миш'яку.

**4.11 Миш'як, стандартний розчин В**, 5 мкг/см<sup>3</sup>.

25 см<sup>3</sup> стандартного розчину миш'яку А (4.10) пiпеткою переносять у мiрну колбу ємностiю 1 дм<sup>3</sup>, розводять до позначки водою i перемiшують.

1 см<sup>3</sup> стандартного розчину миш'яку В мiстить 5 мкг миш'яку.

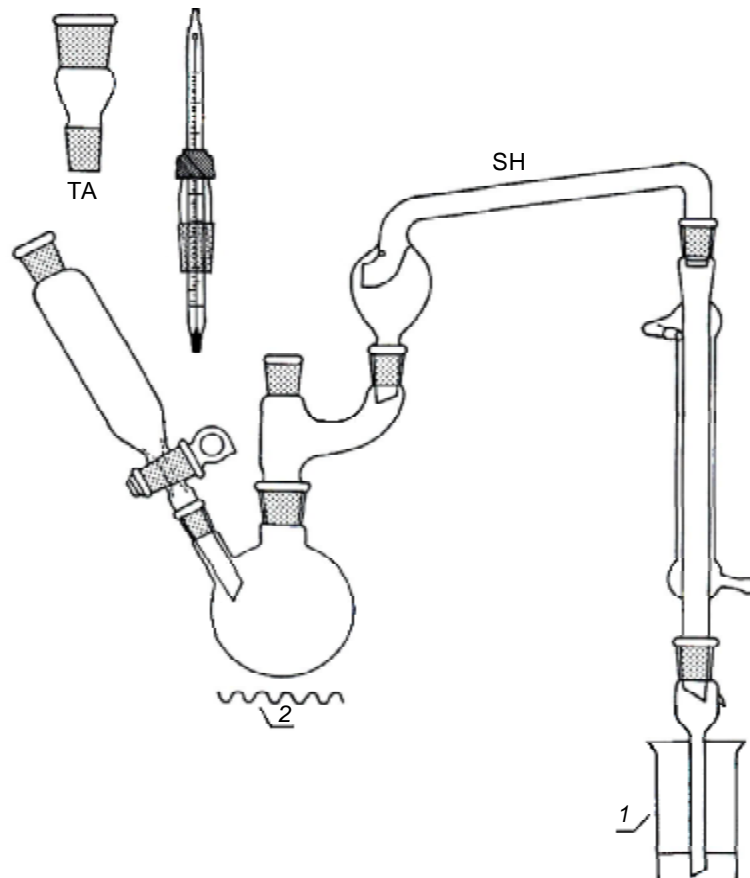
## 5 АПАРАТУРА

**Примітка.** Якщо у цьому методі не вказано, які піпетки та мірні колби, застосовують піпетки з однією позначкою та мірні колби згідно з вимогами ISO 648 і ISO 1042.

Звичайне лабораторне обладнання та:

**5.1 Цирконієві або скловуглецеві тиглі, об'ємом до 30 см<sup>3</sup>.**

**5.2 Дистиляційна апаратура, що містить дистиляційну колбу ємністю 250 см<sup>3</sup>, оснащenu бічним відводом із ділильною лійкою, двогорловим перехідником, бризкоуловлювачем та водоохолоджувальним конденсатором (рисунок 1). Колба, що має позначки 45 см<sup>3</sup> і 50 см<sup>3</sup>.**



*Умовні позначки:*

1 — хімічний стакан ємністю 250 см<sup>3</sup>;

2 — джерело тепла.

**Рисунок 1** — Апаратура для дистиляції миш'яку

Можна також використовувати апаратуру, оснащenu напівсферичними донними з'єднаннями.

**Примітка 1.** Перед першим використанням дистиляційну апаратуру та дистиляційний збірний хімічний стакан потрібно очистити очищувальною сумішшю хромової кислоти ( або еквівалентною) та добре промити, щоб гарантувати, що всі внутрішні поверхні змочено плівкою. За необхідності цієї умови потрібно дотримуватися. З'єднання з темного скла потрібно очистити від вільних органічних мастил, а потім змастити мінімальною кількістю сірчаної кислоти (4.6). Альтернативно можна використовувати рукави з PTFE.

**Примітка 2.** Для апаратури, що використовують після дистиляційної стадії (збірний хімічний стакан та, де потрібно, застосовують піпетку і мірну колбу ємністю 100 см<sup>3</sup>), подано таке спеціальне оброблення чищення.

Перед першим використанням застосовують хромову кислоту або рівноцінно обробляють з наступним зволоженням водою, потім обробляють азотною кислотою (густиною 1,4 г/см<sup>3</sup>), розведеною 1:10, у посуді залишають протягом кількох годин. Такий посуд потрібно зберігати тільки для визначань миш'яку та відповідно маркувати. У повсякденному використуванні час витримування в розведеній азотній кислоті може бути зменшено до 30 хв. Мийні засоби, які можуть сприяти забрудненню фосфатом, ніколи не використовують у цій методиці.

**Примітка 3.** Нагрівальний елемент має бути здатним досягти швидкості дистиляції принаймні 2 см<sup>3</sup>/хв. Якщо випробування ускладнено, використовують відповідну ізоляційну стрічку для ізолювання бризкоуловлювача (SH на рисунку 1).

**5.3 Спектрофотометр**, здатний вимірювати оптичну щільність за довжини хвилі до 840 нм.

## 6 ВІДБИРАННЯ ТА ГОТУВАННЯ ПРОБ

### 6.1 Лабораторна проба

Для аналізування використовують лабораторну пробу крупністю мінус 100 мкм, відібрану згідно з ISO 3081 або ISO 3082 та підготовану згідно з ISO 3082 або ISO 3083. У разі вмісту в рудах значних кількостей хімічно зв'язаної води або сполук, що окиснюються, використовують пробу крупністю мінус 160 мкм.

**Примітка.** Настановою щодо значного вмісту хімічно 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 всього вмісту контейнера. Випробну пробу сушать за температури (105 ± 2) °С згідно з ISO 7764 (це попередньо висушена випробна проба).

## 7 МЕТОДИКА АНАЛІЗУВАННЯ

### 7.1 Кількість визначень

Аналізують принаймні два незалежних визначання для однієї попередньо висушеної випробної проби відповідно до додатка А.

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

### 7.2 Контрольний дослід та перевіряльне випробування

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

**Примітка.** Сертифікований еталонний матеріал повинен бути того самого виду руди, що і проба, яку аналізують, і властивості цих матеріалів повинні бути досить близькими, щоб неминучі зміни методики аналізування в обох випадках були незначними.

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

Якщо аналізують кілька проб одного виду руди одночасно, можна використовувати результат аналізування одного сертифікованого еталонного матеріалу.

### 7.3 Наважка

Від попередньо висушеної випробної проби, одержаної відповідно до 6.2, відбирають кілька точкових проб, зважують масу 1 г із точністю до 0,001 г.

**Примітка.** Наважку відбирають і зважують швидко, щоб запобігти реабсорбуванню вологи.

### 7.4 Визначання

#### 7.4.1 Розкладання наважки

У цирконієвий або скловуглецевий тигель (5.1) зважують 3 г пероксиду натрію (4.1). Негайно додають зважену наважку (7.3), перемішують тонким металевим шпателем або склянню паличкою та поміщують у муфельну піч за температури (420 ± 10) °С на 1 год.

Повністю охолоджують до кімнатної температури (за бажанням тигель можна помістити на металеву підставку), накривають годинниковим склом і, швидко підіймаючи кришку, додають 0,5 см<sup>3</sup> води навколо агломерату. Дають можливість реакції стихнути (кілька хвилин), потім так само додають наступний 1 см<sup>3</sup> води. Після кількох хвилин додають 15 см<sup>3</sup> води і, якщо реакція знову спаде, нагрівають до повного розпаду. Двогорловий перехідник та передавальний з'єднувальний пристрій (ТА на рисунку 1) приєднують до дистиляційної колби на дистиляційному штативі та переносять вміст тигля у колбу. До тигля додають 15 см<sup>3</sup> води і 10 см<sup>3</sup> хлороводневої кислоти (4.4),



кип'ятять до розчинення будь-якого залишкового матеріалу і переміщують до колби, зволожують водою від 20 см<sup>3</sup> до 25 см<sup>3</sup>. Кип'ятять поволі до вилучення хлору та випаровують до об'єму від 45 см<sup>3</sup> до 50 см<sup>3</sup>. Розчин охолоджують до 50 °С.

#### 7.4.2 Дистиляція трихлориду миш'яку

Повністю складають обладнання (рисунок 1) та додають 55 см<sup>3</sup> хлороводневої кислоти (4.4) до ділильної лійки. Змонтований збірний з'єднувальний пристрій занурюють кінцем у 10 см<sup>3</sup> азотної кислоти (4.5) у високий хімічний стакан ємністю 250 см<sup>3</sup> із позначкою 75 см<sup>3</sup>. Використовуючи сухий передавальний з'єднувальний пристрій (ТА на рисунку 1), додають 2 г броміду калію (4.2) і 1 г сульфату гідразину (4.3). Вставляють термометр, обладнаний для передавального з'єднувального пристрою, і додають хлороводневу кислоту (4.4) до колби.

Дистилують (зі швидкістю 2 см<sup>3</sup>/хв), підтримуючи температуру випаровування у верхній частині 108 °С, щоб одержати загальний об'єм в одержувачі 75 см<sup>3</sup>.

**Примітка.** Якщо необхідно, можна використовувати реактив, що кипить без поштовхів.

Залежно від очікуваної масової частки миш'яку використовують або весь дистилят, або вимірні аліквотні частини цього розчину відповідно до таблиці 1. У випробних пробах, де масова частка миш'яку менше ніж 60 мкг/г, використовують весь дистилят. Із масовою часткою миш'яку більше ніж 60 мкг/г дистилят переміщують у мірну колбу ємністю 100 см<sup>3</sup>, розводять до позначки водою і змішують.

Таблиця 1 — Аліквотні частини дистиляту

Діапазон масової частки миш'яку, мкг/г	Аліквотна частина для 100 см <sup>3</sup> , см <sup>3</sup>
Від 1 до 60	Відсутня аліквота; весь дистилят
» 50 » 200	25
» 150 » 500	10
» 300 » 1000	5

Переносять дистилят та розчин контрольного дослідження відповідно або будь-яку аліквотну частину випробного розчину та розчину контрольного дослідження у високі хімічні стакани ємністю 250 см<sup>3</sup>.

#### 7.4.3 Спектрофотометричне вимірювання

Випаровують дистилят або аліквотну частину до сухого стану за температури не більше ніж 130 °С.

**Примітка.** Пливу або водну баню використовують для випаровування за умови, що температура поверхні плити, як визначено відповідним термометром (або звичайний термометр занурюють у малий об'єм сірчаної кислоти), не вища ніж 130 °С в будь-якій точці.

Хімічний стакан, що містить сухий залишок, поміщують у піч за температури (130 ± 5) °С на 30 хв.

**Примітка.** Альтернативно плиту, як вказано у згаданій вище примітці, можна використовувати за умови одержання мінімальної температури 125 °С.

Охолоджують, додають 20 см<sup>3</sup> свіжопідготовленого реактиву гідразин-молібдату (4.9) та поміщують на встановленій плиті, що нагріває розчин протягом 25—30 хв до температури (95 ± 5) °С.

**Примітка.** Водяну баню використовують, але це не обов'язково. Пливу вважають задовільною у разі встановлення, що за різних положень на плиті випробного хімічного стакана, що містить воду, вона нагріває до температури (95 ± 5) °С.

Охолоджують до кімнатної температури та переміщують у мірну колбу ємністю 25 см<sup>3</sup>, використовуючи реактив гідразин-молібдат (4.9), зволожують хімічний стакан та завершують розведення до позначки. Вимірюють оптичну густину у камерах 10 мм за довжини хвилі 840 нм максимальної оптичної щільності відносно нульового еталонного реактиву гідразину-молібдату (4.9). Коректують значення оптичної густини за оптичною густиною контрольного дослідження або розведеного контрольного дослідження.

**Примітка.** Якщо значення оптичної густини менше ніж 0,025, одержане у камерах 10 мм із довжини оптичної траєкторії, то потрібно використовувати довжину оптичної траєкторії у камерах 20 мм. У цьому разі розчин контрольного дослідження та серії розчинів для градуйованого графіка також розраховують у камерах 20 мм.

### 7.5 Підготування градувального графіка

Вимірюють аліквоти стандартного розчину миш'яку В (4.11) 0 см<sup>3</sup>, 1 см<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup> і 12 см<sup>3</sup> та переносять послідовно у дистиляційну апаратуру. Розводять до 50 см<sup>3</sup> водою, додають 2,5 см<sup>3</sup> хлороводневої кислоти (4.4) та продовжують як у 7.4.2 і 7.4.3.

Будують графік співвідношення кількості миш'яку та відкоректованого значення оптичної густини додавання до нульового значення миш'яку та розраховують коефіцієнт нахилу ( $Z$ ), як визначено у 8.1. Значення  $Z$  до 76 для 10 мм камери.

## 8 ОПРАЦЬОВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

### 8.1 Розрахування масової частки миш'яку

Масову частку миш'яку,  $W_{As}$ , виражену у мікрограмах на грам, розраховують з точністю до третього десяткового знака для масових часток менше ніж 100 мкг/г і до другого десяткового знака для масових часток більше ніж 100 мкг/г, використовуючи рівняння:

$$W_{As} = \frac{E \cdot Z \cdot D}{m}, \quad (1)$$

де  $m$  — маса наважки, г;

$E$  — оптична густина випробного розчину чи аліквоти випробного розчину, виміряних відносно реактиву еталонного розчину (4.9), відкоректованого для значення контрольного дослідження або розведеного контрольного дослідження;

$Z$  — коефіцієнт нахилу градувального графіка, виражений як

$$\frac{\text{мкгAs у } 25 \text{ см}^3}{\text{оптична густина}};$$

$D$  — коефіцієнт розведення (якщо умова  $D = 1$  не виконується, використовують  $D = 100/\text{об'єм аліквоти}$ ).

### 8.2 Загальне опрацювання результатів

#### 8.2.1 Відтворюваність і допустимий відхил

Похибку цього аналітичного методу, у мікрограмах на грам, визначають за такими регресивними рівняннями<sup>1)</sup>:

$$r = 0,0460X + 0,90, \quad (2)$$

$$P = 0,1058X + 0,83, \quad (3)$$

$$\sigma_r = 0,0163X + 0,32, \quad (4)$$

$$\sigma_L = 0,0356X + 0,21, \quad (5)$$

де  $X$  — масова частка миш'яку у випробній пробі, виражена в мікрограмах на грам:

— для рівнянь (2 і 4) — середнє арифметичне значення паралельних визначань, виконаних в одній лабораторії;

— для рівнянь (3 і 5) — середнє арифметичне значення кінцевих результатів визначань (8.2.3), виконаних у двох лабораторіях;

$r$  — допустима розбіжність між результатами паралельних визначань, виконаних в одній лабораторії (відтворюваність);

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

$\sigma_r$  — середній квадратичний відхил паралельних визначань, виконаних в одній лабораторії;

$\sigma_L$  — середній квадратичний відхил результатів визначань, виконаних у різних лабораторіях.

#### 8.2.2 Визначання аналітичного результату

Результат, одержаний під час випробування сертифікованого еталонного матеріалу, повинен задовольняти вимогу статистичної незначимості розбіжності між цим результатом і значенням

<sup>1)</sup> Додаткову інформацію наведено у додатках В і С.

сертифікованого еталонного матеріалу. Для перевіряння значимості розбіжності для сертифікованого еталонного матеріалу, аналізування якого проводили в десяти лабораторіях методом(-ами), співвідносними за правильністю і вірогідністю із цим методом, якщо випробовування мають значну відмінність, використовують таку формулу:

$$|A_c - A| \leq 2 \sqrt{\frac{S_{Lc}^2 + \frac{S_{Wc}^2}{n_{Wc}}}{N_c} + \sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}}, \quad (6)$$

де  $A_c$  — сертифіковане значення;  
 $A$  — результат або середнє значення результатів, одержаних для еталонного матеріалу;  
 $S_{Lc}$  — середній квадратичний відхил результатів, одержаних у різних лабораторіях із сертифікації;  
 $S_{Wc}$  — середній квадратичний відхил, одержаний в одній із лабораторій із сертифікації;  
 $n_{Wc}$  — середня кількість повторних визначань у лабораторіях із сертифікації;  
 $N_c$  — кількість лабораторій із сертифікації;  
 $n$  — кількість повторних визначань для еталонного матеріалу (у більшості випадків  $n = 1$ );  
 $\sigma_L$  і  $\sigma_r$  — відповідно до 8.2.1.

Якщо умова (6) виконується, тобто ліва частина формули менша ніж або дорівнює правій частині, тоді різницю  $|A_c - A|$  вважають статистично незначною, в іншому разі — статистично значною.

Якщо розбіжність значна, то аналізують повторно водночас з аналізуванням випробної проби. Якщо розбіжність знову значна, аналізують повторно, використовуючи інший сертифікований еталонний матеріал того самого виду руди.

Якщо діапазон двох значень для випробної проби перевищує межу для  $r$ , розраховують за рівнянням (2), проводять одне чи більше додаткових випробовувань відповідно до схеми, наведеної в додатку А, водночас із відповідним контрольним дослідом та аналізують сертифікований еталонний матеріал того самого виду руди.

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

**Примітка.** Якщо інформація в сертифікаті на еталонний матеріал неповна, застосовують таку методику:

а) якщо за наявним об'ємом даних можна оцінити середній квадратичний відхил між результатами, одержаними в різних лабораторіях,  $S_{Wc}^2 / n_{Wc}$ , не беруть до уваги та  $S_{Lc}$  розглядають як середній квадратичний відхил лабораторних середніх значень;

б) якщо сертифікацію виконувала лише одна лабораторія або якщо немає міжлабораторних результатів, рекомендовано під час застосування стандарту цей матеріал не використовувати. У разі, коли застосування його неминуче, використовують формулу:

$$|A_c - A| \leq 2 \sqrt{2\sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}}. \quad (7)$$

### 8.2.3 Розраховування кінцевого результату

Кінцевий результат — середнє арифметичне вибраних аналітичних значень для випробної проби чи одержаної під час виконання операцій, зазначених у додатку А, розраховують до третього десяткового знака за масової частки миш'яку менше ніж 100 мкг/г або до другого десяткового знака за масової частки більше ніж 100 мкг/г.

Для масової частки миш'яку менше ніж 100 мкг/г значення розраховують до третього десяткового знака, зводять до першого десяткового знака як встановлено нижче в а), б) і с).

У подібному методі з порядковими числами зменшують до одиниці, значення для масової частки миш'яку більше ніж 100 мкг/г розраховують до другого десяткового знака, зводять до одиниці:

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

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

с) якщо цифра в другому десятковому розряді 5 і цифра у третьому десятковому розряді відмінна від 0, то цифру 5 відкидають і цифру в першому 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.

### 9 ПРОТОКОЛ ВИПРОБОВУВАННЯ

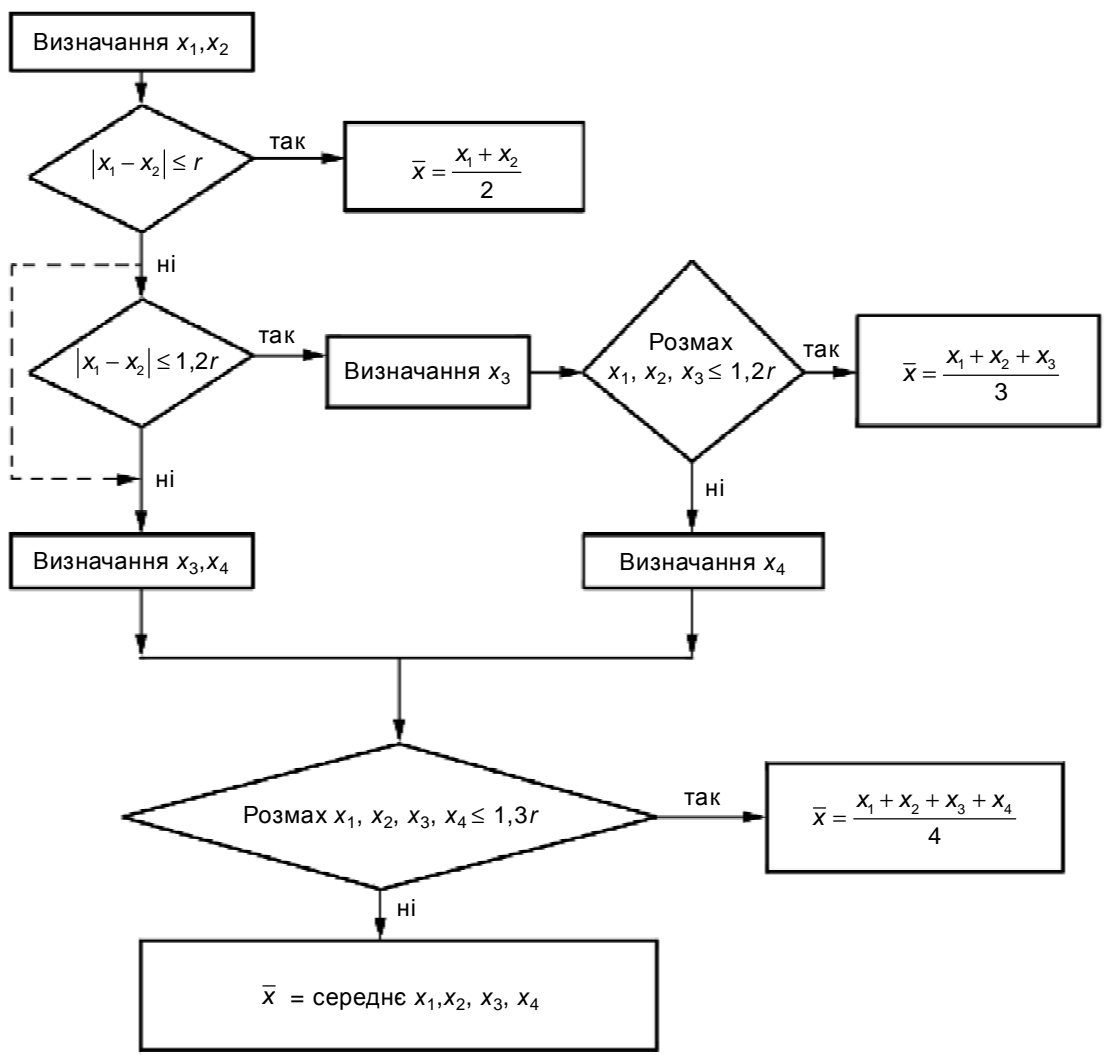
Протокол випробування повинен містити таку інформацію:

- a) назву та адресу випробувальної лабораторії;
- b) дату складання протоколу випробування;
- c) посилання на цей стандарт;
- d) докладну інформацію для ідентифікації проби;
- e) результат аналізування;
- f) реєстраційний номер результату;

g) зауваги, що виникли під час визначання, та інші дії, не передбачені цим стандартом, що могли б вплинути на результат випробування або випробної проби, або сертифікованого еталонного матеріалу(-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 одержано за результатами міжнародних аналітичних випробовувань, виконаних у 1979—1980 роках на п'яти пробах залізної руди (див. таблицю 2) в 20 лабораторіях шести країн.

Графічне оброблення даних похибки подано в додатку С.

**Таблиця В.2** — Випробні проби для міжлабораторних випробовувань

Проба	Масова частка миш'яку, мкг/г	
Brazillan руда	Бразилія 77—3	2,3
Mt. Newman руда	Австралія 79—12	11,8
Ваескегруван руда	Швеція 79—3	56,4
Lorraine руда	Франція 79—4	261,0
Vivaldi руда	Іспанія 79—11	798,0

**Примітка 1.** Звіт про міжнародні випробовування та статистичне аналізування результатів (Документ ISO/TC 102/SC 2 № 605 Е, серпень 1980 року) є в наявності або у Секретаріаті ISO/TC 102/SC 2 або ISO/TC 102.

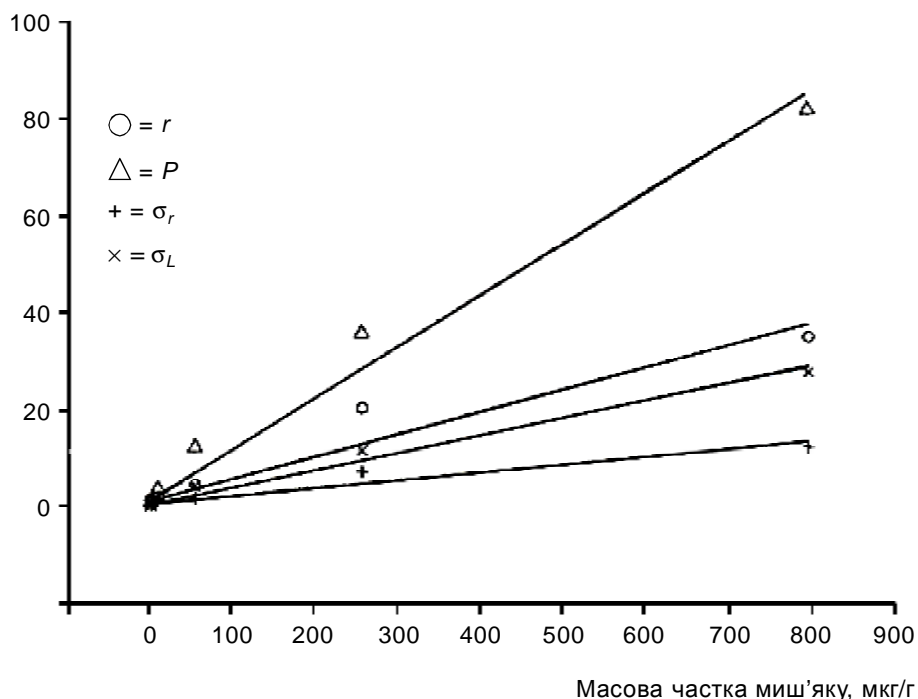
**Примітка 2.** Статистичне аналізування виконано згідно з вимогами ISO 5725.

ДОДАТОК С  
(довідковий)

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

**Примітка.** Рисунок — графічне зображення рівнянь, поданих у 8.2.1.

Похибка, мкг/г



**Рисунок С.1** — Залежність похибок від масової частки миш'яку,  $X$ , одержаних методом найменших квадратів

Код УКНД 73.060.10

**Ключові слова:** визначання масової частки, залізні руди, миш'як, мінерали і руди, спектрофотометричний аналіз, хімічний аналіз.

---

Редактор **Н. Кунцевська**  
Технічний редактор **О. Касіч**  
Коректор **І. Копацька**  
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