

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО  
9686—  
2009

---

## ЖЕЛЕЗО ПРЯМОГО ВОССТАНОВЛЕНИЯ

Определение содержания углерода и/или серы.  
Метод инфракрасной спектроскопии после сжигания  
пробы в индукционной печи

ISO 9686:2006  
Direct reduced iron — Determination of carbon and/or sulfur — High-frequency  
combustion method with infrared measurement  
(IDT)

Издание официальное

БЗ 2—2009/686



Москва  
Стандартинформ  
2010

## 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 И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 145 «Методы контроля металлопродукции» на основе русской версии стандарта, указанного в пункте 3

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 декабря 2009 г. № 886-ст

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 9686:2006 «Железо прямого восстановления. Определение содержания углерода и/или серы. Метод высокочастотного сжигания и измерение по инфракрасному излучению» (ISO 9686:2006 «Direct reduced iron — Determination of carbon and/or sulfur — High-frequency combustion method with infrared measurement»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (подраздел 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении F

### 4 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*

© Стандартиформ. 2010

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

## Содержание

1 Область применения . . . . .	1
2 Нормативные ссылки . . . . .	1
3 Сущность метода . . . . .	1
4 Реактивы . . . . .	1
5 Оборудование . . . . .	2
6 Отбор проб . . . . .	2
7 Метод контроля . . . . .	3
8 Обработка результатов . . . . .	5
9 Протокол испытания . . . . .	6
Приложение А (обязательное) Последовательность загрузки тигля . . . . .	7
Приложение В (рекомендуемое) Схема проверки приемлемости результатов измерений . . . . .	8
Приложение С (рекомендуемое) Характеристики промышленных индукционных печей для ВЧ сжигания проб и инфракрасных анализаторов серы . . . . .	9
Приложение D (справочное) Вывод уравнений регрессии и допускаемых расхождений . . . . .	10
Приложение E (справочное) Данные прецизионности, полученные в ходе международного эксперимента . . . . .	11
Приложение F (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным стандартам . . . . .	13



## ЖЕЛЕЗО ПРЯМОГО ВОССТАНОВЛЕНИЯ

## Определение содержания углерода и/или серы. Метод инфракрасной спектроскопии после сжигания пробы в индукционной печи

Direct reduced iron. Determination of carbon and/or sulfur content. Method of infrared spectroscopy after sample burning in induction furnace

Дата введения — 2010—08—01

### 1 Область применения

Настоящий стандарт применяют для определения содержания углерода и/или серы в железе прямого восстановления методом инфракрасной спектроскопии после сжигания пробы в высокочастотной (ВЧ) индукционной печи.

Метод применим для определения массовой доли углерода в диапазоне от 0,05 % до 2,5 % и/или массовой доли серы в диапазоне от 0,001 % до 0,055 % в железе прямого восстановления.

### 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ИСО 1042:1998 Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой

ИСО 7550:1985 Посуда лабораторная стеклянная. Микропипетки одноразового применения

ИСО 7764:2006 Руды железные. Подготовка предварительно высушенных проб для химического анализа

ИСО 10835:2007 Железо прямого восстановления и горячего брикетирования. Отбор и приготовление проб

### 3 Сущность метода

Навеску сжигают в огнеупорном тигле в потоке кислорода в присутствии плавня; тигель вводят в трубку для сжигания ВЧ печи, при этом углерод превращается в диоксид углерода, а сера — в диоксид серы.

Каждый газ определяют измерением поглощения в инфракрасной области спектра с использованием углекислого бария и сернистого калия для построения градуировочной зависимости.

### 4 Реактивы

Если нет других указаний, используют реактивы установленной аналитической степени чистоты, дистиллированную воду, дополнительно очищенную перегонкой или другим способом.

4.1 Кислород чистотой не менее 99,5 % масс.

Давление в печи должно регулироваться с использованием редуктора, специально сконструированного для данной цели. При эксплуатации редуктора следует руководствоваться инструкциями изготовителя.

4.2 Хлорнокислый магний (безводный) размером гранул от 0,7 до 1,2 мм.

4.3 Вольфрамовый пламень (в виде гранул) с известными низкими массовыми долями углерода < 0,002 % и серы < 0,0005 %.

4.4 Чистое железо или железо с известными низкими массовыми долями углерода и серы, как в 4.3.

4.5 Оловянные капсулы вместимостью 0,3 см<sup>3</sup>, диаметром 5 мм и длиной 17 мм.

4.6 Углекислый барий (BaCO<sub>3</sub>), тонко измельченный порошок.

Порошок высушивают при температуре 105 °С в течение 3 ч и охлаждают в эксикаторе.

#### 4.7 Стандартные растворы серноокислого калия

Серноокислый калий (K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) высушивают при температуре 105 °С и охлаждают в эксикаторе.

Серноокислый калий взвешивают с точностью до 0,0002 г в соответствии с таблицей 1.

Т а б л и ц а 1 — Стандартные растворы серноокислого калия

Обозначение стандартного раствора	Масса навески серноокислого калия, г	Массовая концентрация стандартного раствора в пересчете на содержание серы, мг/см <sup>3</sup>
SS 1	0,2174	0,4
SS 2	0,4348	0,8
SS 3	0,6522	1,2
SS 4	0,8696	1,6
SS 5	2,1740	4,0

Навески переносят в пять мерных колб с одной меткой вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды, разбавляют до метки и перемешивают.

4.8 Аскарит используют только при определении углерода.

## 5 Оборудование

Обычная лабораторная посуда, включая микропипетки и мерные колбы с одной меткой по ИСО 7550 и ИСО 1042, соответственно, а также следующее оборудование.

### 5.1 Анализатор для определения углерода и серы

Анализатор, пригодный для высокочастотного (ВЧ) сжигания проб и последующего измерения поглощения в инфракрасной области спектра образовавшихся оксидов углерода и/или серы. Можно использовать анализатор различных изготовителей. Характеристики анализатора — см. приложение С.

При эксплуатации анализатора следует руководствоваться инструкциями изготовителя.

5.2 Керамические тигли для сжигания и дополнительные устройства, которые могут потребоваться для последующего сжигания навески.

Тигли должны быть определенного размера, подходящего для данной системы, и соответствовать подставке таким образом, чтобы проба в тигле располагалась на оптимальной высоте в пределах индуктора, когда она находится в поднятом положении.

Тигли предварительно прокалывают в токе кислорода в печи не менее 2 ч при температуре 1350 °С (или при температуре 1000 °С, при определении только серы) и затем хранят в эксикаторе.

Для предварительного прокалывания можно использовать печь сопротивления.

5.3 Микропипетка вместимостью 50 мкл.

## 6 Отбор проб

### 6.1 Лабораторная проба

Для анализа используют лабораторную пробу размером частиц не более 160 мкм, которую отбирают и готовят по ИСО 10835.

### 6.2 Подготовка предварительно высушенных проб

Тщательно перемешивают лабораторную пробу, используя приспособление, изготовленное из немагнитных материалов. Отбирают с использованием немагнитного шпателя несколько единичных проб таким образом, чтобы они были представительными для всей лабораторной пробы.

Высушивают пробы при температуре (105 ± 2) °С согласно ИСО 7764.

## 7 Метод контроля

**Предупреждение** — Опасность, связанная с процедурой анализа, касается главным образом ожогов рук во время предварительного прокаливания керамических тиглей и последующего сжигания пробы. Необходимо соблюдать обычные меры безопасности при работе с кислородными баллонами. Кислород, выделяющийся при сжигании, должен эффективно удаляться из прибора и помещения, поскольку слишком высокая концентрация кислорода на ограниченном пространстве может привести к воспламенению. Для предотвращения высокочастотного облучения следует применять экранирование.

### 7.1 Общие инструкции по эксплуатации

Поступающий кислород очищают, используя трубки, наполненные аскаритом (4.8) и хлорнокислым магнием (4.2), расход кислорода в режиме ожидания поддерживают приблизительно 0,5 дм<sup>3</sup>/мин.

Между камерой печи и анализатором устанавливают фильтр из стекловаты, который меняют по мере необходимости. Камеру печи, подставку и поглотитель фильтра необходимо очищать как можно чаще для удаления отложений оксидов.

Расход кислорода может изменяться в зависимости от типа анализатора и зависит от состава пробы, но обычно в момент сжигания он равен 2,0 дм<sup>3</sup>/мин. На стадии сжигания температура зависит от мощности ВЧ генератора, геометрии печи, индуктора, а также состава и количества пробы в тигле. Температура может быть 1700 °С или более.

При включении электропитания выдерживают определенный интервал времени, рекомендованный изготовителем оборудования, для стабилизации каждой единицы оборудования.

После чистки камеры печи, замены фильтров или перерыва в работе прибора для стабилизации работы оборудования сжигают несколько проб, состав которых аналогичен анализируемому.

Пропускают кислород через аппарат и устанавливают показания контрольно-измерительных приборов на нулевое значение.

### 7.2 Аналитическая проба

Взвешивают 0,4 г лабораторной пробы с точностью до 0,0001 г.

### 7.3 Холостой опыт

Проводят холостой опыт по той же методике и с теми же количествами всех реактивов, которые используют для проведения анализа (7.5):

- 1,9 г вольфрамового плавня (4.3);
- 1,3 г чистого железа (4.4);
- 1 оловянную капсулу (4.5).

Для достижения наибольшей точности проводят не менее трех холостых опытов.

Используют среднее значение результатов холостого опыта для нулевой регулировки прибора в соответствии с требованиями изготовителя.

### 7.4 Построение градуировочного графика

#### 7.4.1 Подготовка тигля

##### 7.4.1.1 Подготовка к построению градуировочного графика для определения углерода

Взвешивают навески углекислого бария (4.6) с точностью до 0,0002 г в соответствии с таблицей 2 и помещают их в шесть керамических тиглей (5.2), как показано в приложении А.

Т а б л и ц а 2 — Градуировочная серия навесок углекислого бария для определения углерода

Номер тигля	Обозначение стандартного вещества	Масса навески углекислого бария, г	Массовая доля углерода в стандартном веществе, %
1	CS1	0,0131	0,2
2	CS2	0,0329	0,5
3	CS3	0,0657	1,0
4	CS4	0,1314	2,0
5	CS5	0,1643	2,5
6	CS5	0,1643	2,5

## 7.4.1.2 Подготовка к построению градуировочного графика для определения серы

Используя микропипетку (5.3), вводят 50 мкл каждого стандартного раствора сернистого калия (4.7) в семь оловянных капсул в соответствии с таблицей 3.

Т а б л и ц а 3 — Градуировочные растворы сернистого калия для определения серы

Номер тигля	Номер оловянной капсулы	Обозначение стандартных растворов сернистого калия (4.7)	Массовая доля серы в стандартном растворе, %
1	1	Вода (50 мкл)	0
2	2	SS 1	0,005
3	3	SS 2	0,010
4	4	SS 3	0,015
5	5	SS 4	0,020
6	6	SS 5	0,050
7	7	SS 5	0,050

Медленно высушивают капсулы и их содержимое при температуре от 80 °С до 90 °С в течение 2 ч и охлаждают в эксикаторе.

Подготовленные оловянные капсулы помещают в соответствии с таблицей 3 в семь керамических тиглей (5.2), как показано в приложении А.

## 7.4.1.3 Подготовка к построению градуировочного графика для совместного определения углерода и серы

Подготовленные оловянные капсулы со стандартными растворами сернистого калия (4.7) и углекислый барий (4.6) помещают в соответствии с таблицей 4 в семь керамических тиглей (5.2), как показано в приложении А.

Т а б л и ц а 4 — Градуировочная серия стандартных веществ для совместного определения углерода и серы

Номер тигля	Обозначение стандартных веществ углерода и серы	Массовая доля углерода и серы, %
1	Вода (50 мкл)	0 + 0
2	CS 1 + SS 1	0,2 + 0,005
3	CS 2 + SS 2	0,5 + 0,010
4	CS 3 + SS 3	1,0 + 0,015
5	CS 4 + SS 4	2,0 + 0,020
6	CS 5 + SS 5	2,5 + 0,050
7	CS 5 + SS 5	2,5 + 0,050

## 7.4.2 Сжигание

Тигли, подготовленные как показано в приложении А, помещают на специальную подставку и сначала сжигают содержимое тигля 7 с максимальным количеством углерода и/или серы, затем содержимое тигля 6 для проверки.

Делают поправку в показаниях на соответствующее значение.

Сжигают содержимое других тиглей и регистрируют результаты для проверки линейности графика.

П р и м е ч а н и е— В качестве матричного элемента во все тигли вводят навески чистого железа, равные 0,400 г.

## 7.5 Проведение анализа

Навески анализируемых проб помещают в тигли, как показано в приложении А, и проводят через ход анализа так же, как и при построении градуировочного графика. При эксплуатации анализатора следует руководствоваться инструкциями изготовителя.



## 8 Обработка результатов

### 8.1 Вычисление массовых долей углерода и серы

Массовые доли углерода и серы в анализируемых пробах определяют по градуировочному графику (7.4) и соответствующим показаниям прибора с учетом значения результатов холостого опыта.

Суммарное значение холостой пробы от всех источников загрязнения (кислорода, железа, оловянных капсул, вольфрама) не должно превышать 0,01 % масс. для углерода и 0,001 % масс. для серы.

### 8.2 Точность метода

#### 8.2.1 Прецизионность и допускаемые расхождения

Прецизионность данного аналитического метода выражают, используя следующие уравнения регрессии\*:

для углерода:

$$r = 0,0203 X + 0,0127; \quad (1)$$

$$R = 0,0208 X + 0,0244; \quad (2)$$

$$\sigma_r = 0,0072 X + 0,0045; \quad (3)$$

$$\sigma_R = 0,0057 X + 0,0079; \quad (4)$$

для серы:

$$r = 0,0479 X + 0,0010; \quad (5)$$

$$R = 0,1241 X + 0,0014; \quad (6)$$

$$\sigma_r = 0,0169 X + 0,0004; \quad (7)$$

$$\sigma_R = 0,0443 X + 0,0044, \quad (8)$$

где  $X$  — массовая доля углерода или серы, %, в предварительно высушенной пробе, вычисляемая следующим образом:

- для уравнений (1), (3), (5) и (7): внутрилабораторное среднееарифметическое значение результатов независимых параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости;
- для уравнений (2), (4), (6) и (8): межлабораторное среднееарифметическое значение результатов измерений (8.2.5) двух лабораторий;

$r$  — предел повторяемости;

$R$  — предел воспроизводимости;

$\sigma_r$  — стандартное отклонение повторяемости;

$\sigma_R$  — стандартное отклонение воспроизводимости.

#### 8.2.2 Определение результатов измерений

После вычисления результатов параллельных измерений приемлемость этих результатов признают, сравнивая их с пределом повторяемости  $r$ , рассчитанным по уравнению (1), подготавливая тигель, как показано в приложении А, и получают окончательный результат измерений  $\mu$  (8.2.5).

#### 8.2.3 Межлабораторная прецизионность

Межлабораторную прецизионность используют для оценки соответствия результатов, представленных двумя лабораториями. Предполагается, что обе лаборатории проводят анализ проб и обработку результатов по одной и той же методике, как описано в 8.2.2.

Вычисляют среднееарифметическое значение результатов определения двух лабораторий  $\mu_{12}$  по следующей формуле

$$\mu_{12} = (\mu_1 + \mu_2)/2. \quad (9)$$

где  $\mu_1$  — результат определения, представленный лабораторией 1;

$\mu_2$  — результат определения, представленный лабораторией 2.

Подставляют значение  $\mu_{12}$  вместо  $X$  в уравнение (2) и вычисляют предел воспроизводимости  $R$ .

Если  $|\mu_1 - \mu_2| \leq R$ , окончательные результаты удовлетворительные.

\* Дополнительная информация — в приложениях D и E.

### 8.2.4 Проверка правильности

Правильность аналитического метода следует проверять воспроизведением значения аттестованной характеристики по результатам межлабораторного эксперимента в аттестованном стандартном образце (АСО) или стандартном образце (СО).

Вычисляют аналитический результат  $\mu_c$  для АСО/СО, используя процедуры по 8.1 и 8.2, и сравнивают его с аттестованным значением  $A_c$ .

В данном случае возможны две ситуации:

- $|\mu_c - A_c| \leq C$  — разность между представленным результатом и аттестованным значением является статистически незначимой;
- $|\mu_c - A_c| > C$  — разность между представленным результатом и аттестованным значением является статистически значимой,

где  $\mu_c$  — результат, воспроизведенный в лаборатории при анализе аттестованного стандартного вещества;

$A_c$  — аттестованное значение характеристики для АСО/СО;

$C$  — величина, зависящая от типа используемого АСО/СО:

для АСО, аттестованного по программе межлабораторных испытаний.

$$C = 2[\sigma_R^2 + \sigma_I^2/n + V(A_c)]^{1/2}, \quad (10)$$

где  $V(A_c)$  — дисперсия аттестованного значения  $A_c$  ( $V(A_c) = 0$  для СО, аттестованного только одной лабораторией);

$n$  — число повторных определений, полученных при воспроизведении характеристик АСО/СО.

СО, аттестованных только одной лабораторией, следует избегать, за исключением тех случаев, когда известно, что они имеют несмещенное аттестованное значение.

### 8.2.5 Вычисление окончательного результата

Окончательный результат представляет собой среднееарифметическое значение удовлетворительных аналитических результатов для анализируемой пробы или значение, определенное другим способом, например с использованием операций, установленных в приложении В, которое вычисляют с точностью до пяти десятичных знаков и округляют до третьего десятичного знака следующим образом:

- если окончательная цифра четвертого десятичного знака меньше 5, ее отбрасывают и цифру третьего десятичного знака оставляют без изменений;
- если цифра четвертого десятичного знака равна 5 и имеется цифра, отличная от 0, на месте пятого десятичного знака или если цифра четвертого десятичного знака больше 5, то цифру на месте третьего десятичного знака увеличивают на единицу;
- если цифра четвертого десятичного знака равна 5 и цифра 0 находится на месте пятого десятичного знака, то 5 отбрасывают, а цифру на месте третьего десятичного знака оставляют без изменений, если она равна 0,2,4,6 или 8, и увеличивают на единицу, если она равна 1,3,5,7 или 9.

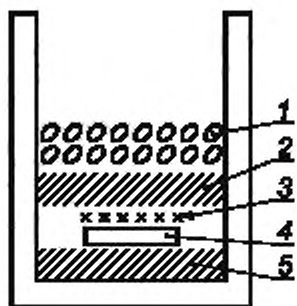
## 9 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

- наименование и адрес испытательной лаборатории;
- дату опубликования протокола испытания;
- ссылку на настоящий стандарт;
- сведения, необходимые для идентификации пробы;
- результаты испытания;
- любые необычные особенности, отмеченные в ходе проведения анализа, и любые операции, не указанные в настоящем стандарте, которые могли бы повлиять на результаты анализа как пробы, так и аттестованных стандартных веществ.

Приложение А  
(обязательное)

## Последовательность загрузки тигля



1 — вольфрамовый плавень (4.3): 1,9 г; 2 — чистое железо (4.4): 0,4 г; 3 — аналитическая проба (7.2) или углекислый барий (4.6): 0,4 г; 4 — оловянная капсула (4.5); 5 — чистое железо (4.4): 0,9 г

Рисунок А.1

Приложение В  
(рекомендуемое)

Схема проверки приемлемости результатов измерений

Начинают с параллельных измерений

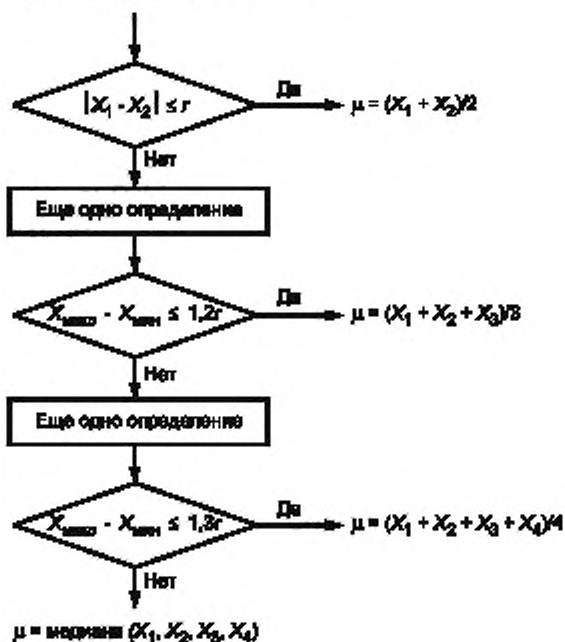


Рисунок В.1

Приложение С  
(рекомендуемое)

## Характеристики промышленных индукционных печей для ВЧ сжигания проб и инфракрасных анализаторов серы

### С.1 Сжигание

Печь для сжигания состоит из индуктора и высокочастотного генератора. Камера сжигания представляет собой кварцевую трубку, которая смонтирована в индукторе. Эта трубка имеет на концах металлические пластины, укрепленные металлическими кольцами круглого сечения. В металлических пластинах имеются входные и выходные отверстия для газа с фильтром на выходе для предотвращения попадания частиц пыли в систему детектирования.

Генератор обычно представляет собой установку мощностью от 1,2 до 2,5 кВт; генерируемые частоты могут отличаться в установках конкретных изготовителей. Энергию от генератора подают на индукционную катушку, которая охватывает кварцевую экранирующую трубку и, как правило, охлаждается воздухом.

Тигель, содержащий пробу, флюс и плавень, помещают на подставку, которая установлена так, что в поднятом положении проба в тигле оказывается точно внутри индукционной катушки. Такое расположение обеспечивает эффективную связь при подаче энергии.

Типичными размерами тиглей для сгорания являются следующие:

- высота — 25 мм;
- наружный диаметр — 25 мм;
- внутренний диаметр — 20 мм;
- толщина стенок — 2,5 мм;
- толщина основания — 8 мм.

Диаметр индуктора, число витков и геометрические размеры печи определяют степень высокочастотной связи; эти параметры устанавливает изготовитель прибора. Генерируемая температура зависит частично от этих факторов, но также от свойств металла в тигле, формы пробы и массы веществ. Оператор, имеющий определенный опыт работы, также может до некоторой степени изменять эти факторы.

Важно, чтобы оксиды, которые образуются при сжигании, были поглощены фильтром из стекловаты, для удаления скопившихся оксидов пылеуловитель фильтра необходимо чистить как можно чаще.

### С.2 Инфракрасный газоанализатор

Продукты сжигания собираются в определенном (заданном) объеме в атмосфере кислорода при контролируемом давлении, и смесь анализируют на наличие в ней  $\text{CO}_2$  и/или  $\text{SO}_2$ . Содержание  $\text{CO}_2$  и/или  $\text{SO}_2$  в непрерывном кислородном потоке также можно регистрировать во время выделения газов в процессе сжигания.

Газ-носитель кислород, содержащий  $\text{CO}_2$  и/или  $\text{SO}_2$ , пропускают через систему анализатора, состоящую из инфракрасной ячейки, обычно типа Luft или его эквивалента (в твердом состоянии), где измеряют удельное поглощение инфракрасного излучения.

Электронный сигнал измерения поглощения обычно преобразуется в цифровое отображение содержания диоксидов углерода и/или серы в процентах. Анализаторы снабжаются обычно электронными устройствами для установки нулевого значения на шкале прибора (компенсация холостого опыта), установки наклона градуировочной кривой и коррекции кривой в случае отклонения ее от прямолинейности.

Приборы могут быть также оснащены встроенными автоматическими весами и системой коррекции массы проб. В современных приборах обычно используют микропроцессор.

**Приложение D**  
**(справочное)**

**Вывод уравнений регрессии и допусаемых расхождений**

Уравнения регрессии по 8.2.1 были получены путем статистической оценки результатов международных экспериментов, проведенных с 1986 по 1988 г.г. на четырех образцах железа прямого восстановления, в которых принимали участие 13 лабораторий из семи стран.

Графическое представление данных прецизионности приведено в приложении E.

Использованные образцы перечислены в таблице D.1.

**Примечание 1** — Отчет о международных экспериментах и статистический анализ полученных результатов (документ ISO/TC 102/SC 2 № 929E, ноябрь 1988) можно получить через Секретариат ISO/TC 102/SC.

**Примечание 2** — Статистический анализ проводился в соответствии с ИСО 5725-2.

**Таблица D.1** — Массовые доли углерода и серы в образцах

Стандартный образец	Массовая доля углерода, %	Массовая доля серы, %
Железо, восстановленное газом (аттестован межлабораторным экспериментом), 16/85	1,8386	0,0018
Железо, полученное в лаборатории, 17/85	0,3656	0,0012
Железо, полученное в лаборатории, 18/85	0,0969	0,0013
Железо, восстановленное углем (аттестован межлабораторным экспериментом), 19/85	0,0961	0,0393

Приложение Е  
(справочное)

Данные прецизионности, полученные в ходе международного эксперимента

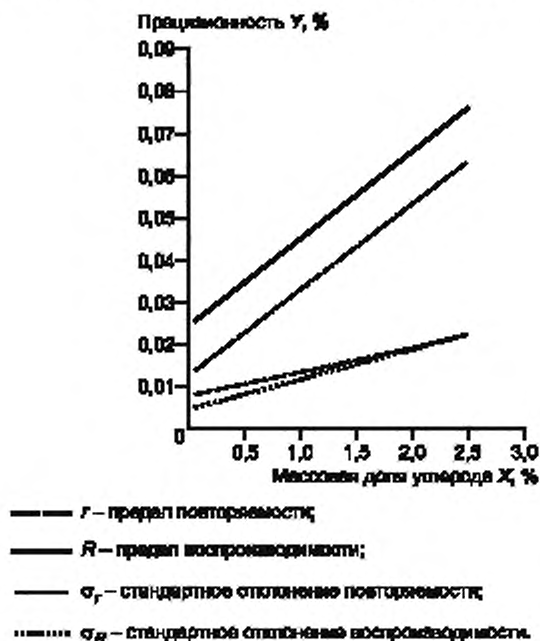
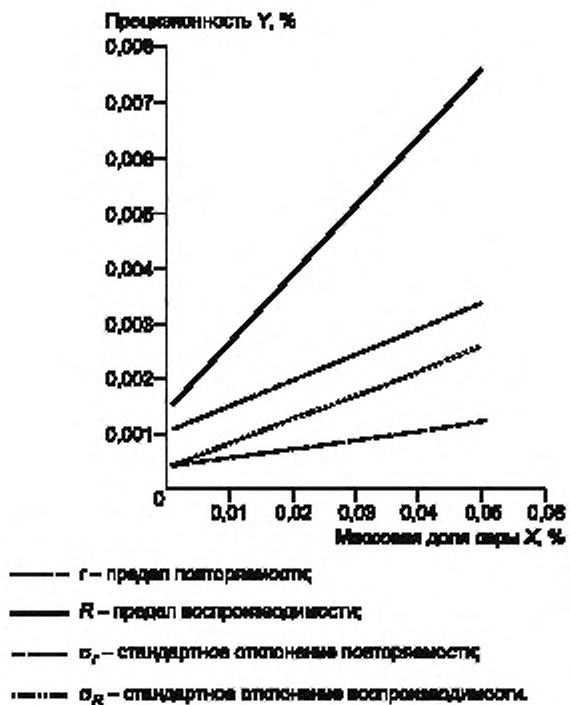


Рисунок Е.1 — Обработка методом наименьших квадратов зависимости от значения  $X$  для углерода

Рисунок Е.2 — Обработка методом наименьших квадратов зависимости от значения  $X$  для серы



Приложение F  
(справочное)

**Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации  
ссылочным международным стандартам**

Таблица F.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 1042:1998	*
ИСО 5725-2:1994	ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений
ИСО 7550:1985	*
ИСО 7764:2006	*
ИСО 10835:2007	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.	

УДК 669.14.620.2:006.354

ОКС 77.080.01

В39

ОКСТУ 0709

Ключевые слова: железо прямого восстановления, определение содержания, углерод, сера, метод инфракрасной спектроскопии, высокочастотная индукционная печь, сжигание пробы

---

Редактор *Л.И. Нахимова*  
Технический редактор *Н.С. Гришанова*  
Корректор *В.И. Варенцова*  
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 09.03.2010. Подписано в печать 01.04.2010. Формат 60x84<sup>1</sup>/<sub>2</sub>. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.  
Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,20. Тираж 114 экз. Зак. 245.

---

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ  
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

