ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТ АПАТИТОВЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 22275—90

Издание официальное

50 коп. БЗ 12—90/982

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 662.364.1.—15:006.354 Группа А54

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТ АПАТИТОВЫЙ

Технические условия

Concentrate of apatite.
Specifications

ГОСТ
22275—90

ОКП 21 1132 0100

Срок действия с 01.01.92
до 01.01.97

Настоящий стандарт распространяется на апатитовый концентрат, получаемый флотационным обогащением хибинских апатито-нефелиновых руд и применяемый для химической переработки на минеральные удобрения и фосфорные соединения.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Апатитовый концентрат должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. **Характеристики**

1.2.1. По физико-химическим показателям апатитовый концентрат должен соответствовать нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма
1. Массовая доля оксида фосфора (P_2O_5), %, не менее	39,0
2. Массовая доля воды, %	1,0±0,5
3. Остаток на сите с сеткой № 016К (ГОСТ 6613), %, не более	13,5

Примечания.

1. Массовая доля оксида фосфора дана в пересчете на сухое вещество.

2. Массовая доля полуторных оксидов (FeO, Fe_2O_3, Al_2O_3), не более 3,0% гарантируется поставщиком и определяется периодически один раз в месяц по требованию потребителя, а также в случае разногласий при оценке качества.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1991

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

3. Апатитовый концентрат, применяемый для производства суперфосфата и нитрофоски, должен содержать остаток на сите с сеткой № 016К не более 11,5 %.

4. По согласованию с потребителем допускается отгрузка апатитового концентрата в период с мая по сентябрь включительно с содержанием массовой доли воды (1,5±0,5) %.

1.3. **Требования безопасности**

1.3.1. Апатитовый концентрат пожаро- и взрывобезопасен.

1.3.2. Предельно допустимая концентрация апатитовой пыли в воздухе рабочей зоны производственных помещений — 6 мг/м³, класс опасности — 4 по ГОСТ 12.1.005.

ПДК определяют гравиметрическим методом.

1.3.3. На рабочих местах должно быть обеспечено пылеулавливание и пылеподавление, транспортные потоки апатитового концентрата должны быть плотно закрыты, обеспечивая ПДК.

1.3.4. Работающие с апатитовым концентратом должны быть обеспечены специальной одеждой в соответствии с типовыми отраслевыми нормами.

1.3.5. Все работы с апатитовым концентратом, а также хранение и транспортирование его должны проводиться в соответствии с санитарными правилами по хранению, транспортированию и применению минеральных удобрений в сельском хозяйстве, утвержденными Минздравом СССР.

1.3.6. На рабочих местах с запыленностью воздуха следует применять противопылевые респираторы типа ШБ-1 «Лепесток» по ГОСТ 12.4.028, «Кама», ПРШ-741, «Снежок-П», «Астра-2» или другие аналогичные.

1.3.7. Контроль качества апатитового концентрата с применением рентгеновских спектрометров должен проводиться в соответствии с основными санитарными правилами работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений (ОСП-72/87) и нормами радиационной безопасности (НРБ 76/87), утвержденными Минздравом СССР.

2. ПРИЕМКА

2.1. Апатитовый концентрат принимают партиями. Партией считают любое количество однородного по своим качественным показателям продукта, сопровождаемого одним документом о качестве.

Масса партии устанавливается по согласованию с потребителем.

Документ о качестве должен содержать:

наименование предприятия-изготовителя;

наименование продукта;

результаты проведенных анализов или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта;

номер партии и дату отгрузки;

массу нетто;

обозначение настоящего стандарта;

номер транспортных средств или номер транспортной накладной.

2.2. Для контроля качества апатитового концентрата при его погрузке или выгрузке из транспортных средств отбирают точечные пробы от 20% массы партии, но не менее чем от пяти вагонов или одного судна.

Точечные пробы отбирают с транспортной ленты или из пневмотранспорта методом систематической выборки из расчета 30 проб на каждые 500 т продукта. Результаты испытания распространяются на всю партию.

2.3. Для контроля качества апатитового концентрата, хранящегося насыпью, отбирают пробы из точек, расположенных по двум противоположным образующим для насыпей до 60 т и по четырем образующим для насыпей более 60 т по всей их высоте. Расстояние между точками отбора не должно превышать 50 см.

2.4. При получении неудовлетворительных результатов анализа апатитового концентрата, взятого от насыпей, проводят повторный анализ удвоенного количества проб. Результаты повторного анализа распространяют на всю партию.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. **Отбор и подготовка проб**

3.1.1. Точечные пробы отбирают с транспортерной ленты или в местах перепада потока механическим пробоотборником или вручную совком, а в пробоотборных точках пневмотранспорта, находящихся на разгрузочных трубопроводах, — механическим пробоотборником через каждые 3—5 мин. Масса точечной пробы должна быть не менее 0,5 кг.

3.1.2. Отбор проб производят конвейерным пробоотборником и пробоотборником для систем пневмотранспорта по ГОСТ 5716.

3.1.3. Точечные пробы от насыпей отбирают пробоотборником на максимально доступной глубине с обязательным исключением поверхностного слоя приблизительно на 30 см. Масса точечной пробы, взятой от каждой точки, должна быть не менее 0.5 кг.

3.1.4. Отобранные точечные пробы апатитового концентрата соединяют вместе, тщательно перемешивают и сокращают методом квартования или делителем до массы средней пробы около 1,5 кг.

Полученную среднюю пробу тщательно перемешивают и помещают в чистую стеклянную или полиэтиленовую банку с плотно закрывающейся крышкой или в полиэтиленовый пакет.

3.1.5. На банку или пакет должна быть наклеена или вложена во внутрь этикетка с указанием наименования предприятия-изготовителя, наименования продукта, номера партии, даты и места отбора пробы и фамилии пробоотборщика.

3.1.6. Аналитическую пробу получают сокращением на делителе Джонса или любом другом механическом делителе, обеспечивающем равномерность разделения пробы по массе с относительной погрешностью не более 15%, или методом квартования на гладкой поверхности в закрытом помещении.

Среднюю пробу массой около 1,5 кг делят на аналитические пробы массой от 150 до 250 г каждая.

Одну пробу передают на определение оксида фосфора и воды, другую — на определение гранулометрического состава. Оставшуюся часть средней пробы помещают в ту же банку или полиэтиленовый пакет, которые должны быть плотно закрыты, и оставляют на хранение в течение 1 мес для определения качества апатитового концентрата в случае разногласий в оценке качества.

3.2. Определение массовой доли оксида фосфора (P_2O_5) проводится титриметрическим молибденовым методом или рентгеновским спектрометрическим методом (см. приложение).

Допускается определять массовую долю оксида фосфора дифференциальным фотометрическим методом по желтому фосфорно-ванадиевомолибденовому комплексу по ГОСТ 20851.2, извлечение проводят в соответствии с разд. 1, определение — разд. 8.

При разногласиях в оценке качества применяют титриметрический молибденовый метод.

3.3. **Определение массовой доли оксида фосфора (титриметрический молибденовый метод).**

3.3.1. Метод предназначен для определения массовой доли оксида фосфора (P_2O_5) в апатитовом концентрате в диапазоне от 32,0 до 40,0%.

Метод основан на осаждении фосфора в виде фосфорномолибденового комплекса и дальнейшем нахождении его массы по эквивалентному количеству израсходованного на титрование раствора гидроксида натрия.

3.3.2. Аппаратура, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104 или аналогичные не ниже 2-го класса точности.

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Набор гирь по ГОСТ 7328.

Пипетки 2—1—25, 6—1—10, 6—2—5 по ГОСТ 20292.

Бюретки 1—1—25—0,1; 1—1—50—0,1 или 1—2—25—0,1; 1—2—50—0,1 и 1—2—10—0,5 по ГОСТ 20292.

Мензурки 50, 100, 500 по ГОСТ 1770.

Колбы мерные 2—100—2, 2—200—2, 2—250—2 и 2—1000—2 по ГОСТ 1770 или колбы мерные аналогичного исполнения не ниже 2-го класса точности, или посуда с аналогичными метрологическими характеристиками.

Чашки фарфоровые диаметром 6—7,5 см по ГОСТ 9147.

Стакан В-2—25 ТХС по ГОСТ 25336.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., плотностью 1,35 г/см³; готовят раствор плотностью 1,2 г/см³ и с массовой долей азотной кислоты 5%.

Кислота янтарная по ГОСТ 6341.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., плотностью 1,84 г/см³, раствор концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,324 моль/дм³; готовят следующим образом: 9 см³ серной кислоты медленно, при постоянном перемешивании, приливают к 300 см³ воды. Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят раствор до метки и тщательно перемешивают. Точную концентрацию кислоты устанавливают по тетраборнокислому натрию (буре) в присутствии метилового оранжевого по ГОСТ 25794.1.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, х. ч., раствор концентрации c (NaOH) = 0,324 моль/дм³; готовят по ГОСТ 25794.1.

Точную концентрацию раствора натрия гидроксида определяют по титрованному раствору серной кислоты концентрации c ($^1/_2H_2SO_4$) = 0,324 моль/дм³ по ГОСТ 25794.1, х. ч. или янтарной кислоте.

Допускается применять титрованные растворы с другими концентрациями при введении поправочного коэффициента $K = \pm 0{,}03$ (ГОСТ 25794.1).

Аммоний азотно-кислый по ГОСТ 22867, раствор, содержащий 300 г азотнокислого аммония в 1 дм³ раствора; готовят следующим образом: 300 г соли азотнокислого аммония растворяют в 500 см³ горячей воды, нагретой до (65±2)°С, отфильтровывают, затем прибавляют 40 см³ азотной кислоты плотностью 1,2 г/см³, раствор разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор, содержащий 75 г молибденовокислого аммония в 1 дм³ раствора; готовят следующим образом: 75 г молибденовокислого аммония растворяют в 350 см³ горячей дистиллированной воды с температурой (65±2)°С; после охлаждения до температуры (20±2)°С раствор тонкой струей, непрерывно перемешивая, переносят в колбу вме-

стимостью 1 дм³, в которую предварительно наливают 500 см³ азотной кислоты плотностью 1,2 г/см³, доводят объем раствора до 1 дм³, тщательно перемешивают и отстаивают в течение 6 дней, после чего полученный раствор отделяют от выпавшего осадка с помощью сифона или отфильтровывают раствор через фильтр «белая лента».

Раствор для осаждения фосфатов готовят следующим образом: к 750 см³ раствора молибденовокислого аммония небольшими порциями, тщательно перемешивая, добавляют 250 см³ раствора азотнокислого аммония.

Натрий тетраборнокислый 10-водный (бура) по ГОСТ 4199, приготовленный по ГОСТ 25794.1.

Фенолфталеин (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей фенолфталеина 1%, готовят по ГОСТ 4919.1.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор с массовой долей метилового оранжевого 0,2%; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты; готовят по ГОСТ 4517.

Спирт этиловый по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор с массовой долей желатина 1%.

Фильтр «синяя лента» и «белая лента» диаметром 10 см.

3.3.3. Проведение анализа

1 г высушенного при температуре (105±5)°С до постоянной массы апатитового концентрата, взвешенного с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в стакан вместимостью 200—400 см³, смачивают водой, добавляют 60 см³ раствора азотной кислоты с массовой долей 5%.

Стакан накрывают часовым стеклом или фарфоровой чашкой, нагревают раствор до кипения и кипятят в течение 10 мин. Затем смывают часовое стекло или фарфоровую чашку водой и добавляют 0,5 см³ раствора желатина. Содержимое стакана охлаждают до комнатной температуры и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Допускается применять колбы вместимостью 200 см³, при этом для анализа отбирают 20 см³ фильтрата.

Раствор фильтруют через складчатый фильтр «белая лента». Первыми порциями фильтрата ополаскивают стакан и пипетку, затем отбирают 25 см³ фильтрата в коническую колбу вместимостью 250 см³ и добавляют 60 см³ подогретого до (40±2)°С раствора для осаждения фосфатов.

Колбу с выпавшим осадком встряхивают в течение 20 мин. Раствор фильтруют через плотный бумажный фильтр «синяя лента». Осадок в колбу промывают водой без углекислого газа при температуре (20±2)°С. Промывание заканчивают, когда для нейтрализации 25 см³ фильтрата потребуется не более 0,1 см³ титрованного раствора гидроксида натрия в присутствии 0,5 см³ фенолфталеина. После этого фильтр с осадком переносят в коническую колбу, в которой проводилось осаждение, добавляют 100 см³ воды без углекислого газа и осадок растворяют примерно в 45 см³ раствора гидроксида натрия, прибавляя его из бюретки. Колбу с раствором закрывают резиновой пробкой и аккуратно встряхивают до полного разрыхления фильтра или разрывают фильтр стеклянной палочкой, которую перед удалением ополаскивают водой. Избыток гидроксида натрия титруют раствором серной кислоты в присутствии 0,5 см³ фенолфталеина.

3.3.4. Обработка результатов

Массовую долю оксида фосфора ($X_{P_2O_5}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{P_2O_5} = \frac{(K_1 V_1 - K_2 V_2) \cdot 0{,}001 \cdot 250 \cdot 100}{25 \cdot m},$$

где K_1 — поправочный коэффициент к концентрации точно c (NaOH) = 0,324 моль/дм³;

V_1 — объем раствора гидроксида натрия, израсходованный для растворения фосфорномолибденового комплекса, см³;

K_2 — поправочный коэффициент к концентрации точно c ($^1/_2H_2SO_4$) = 0,324 моль/дм³;

V_2 — объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование избытка гидроксида натрия, см³;

0,001 — масса оксида фосфора, соответствующая 1 см³ раствора гидроксида натрия концентрации точно c (NaOH) = 0,324 моль/дм³ (0,324 н.) г;

m — масса навески апатитового концентрата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3% при доверительной вероятности P = 0,95.

Абсолютная суммарная погрешность анализа не превышает ±0,3.

3.4. Определение массовой доли полуторных оксидов (R_2O_3 — FeO, Fe_2O_3, Al_2O_3)

3.4.1. Метод основан на титровании железа трилоном Б в присутствии сульфосалициловой кислоты в качестве индикатора

и обратном титровании избытка трилона Б раствором сернокислого цинка для определения алюминия.

3.4.2. Аппаратура и реактивы

Колбы 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 6—1—5, 2—1—10, 2—1—25, 3—1—50, 6—2—5 по ГОСТ 20292.

Мензурки 50 по ГОСТ 1770.

Бюретки 1—2—25—0,1 по ГОСТ 20292 или посуда с аналогичными метрологическими характеристиками.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1,4 г/см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1,84 г/см³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, ледяная.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей сульфосалициловой кислоты 20%.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей аммиака 25%, разбавленный 1:1.

Магний сернокислый, фиксанал, раствор концентрации c ($^1/_2$ $MgSO_4$) = 0,05 моль/дм³.

Натрия гидроксид (натр едкий) по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей NaOH 20%.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, ч.д.а.

Ксиленоловый оранжевый (индикатор).

Сухая смесь ксиленолового оранжевого (индикатора) с KNO_3 (1:100).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор с массовой долей CH_3COONH_4 10%.

Ацетатный буферный раствор с pH 4,9—5,2; готовят следующим образом: 100 г уксуснокислого аммония растворяют водой в мерной колбе вместимостью 1 дм³, добавляют 15 см³ раствора с массовой долей уксусной кислоты 100%, доводят объем водой до метки и перемешивают (контроль pH проводят на потенциометре или применяют универсальный индикатор). Если pH ацетатного буферного раствора более 5,2, к раствору добавляют 15 см³ ледяной уксусной кислоты на 1 дм³ раствора с массовой долей CH_3COONH_4 10%.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор концентрации c ($^1/_2$ трилон Б) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.); готовят следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в воде и разбавляют в мерной колбе до 1 дм³. Титр раствора трилона Б устанавливают по цинку (ГОСТ 10398).

Цинк сернокислый по ГОСТ 4174, раствор концентрации c ($^1/_2$ $ZnSO_4$) = 0,05 моль/дм³ (0,05 н.).

Для определения соотношения (C) концентраций раствора трилона Б и сернокислого цинка отбирают 10 см³ раствора трилона Б, разбавляют водой до 100 см³, прибавляют 1—2 капли аммиака и 20 см³ ацетатного буферного раствора, кипятят в течение 2 мин, быстро охлаждают, прибавляют 5—7 капель ксиленолового оранжевого и титруют раствором сернокислого цинка до изменения желтой окраски раствора в фиолетовую.

Соотношение концентраций растворов трилона Б и сернокислого цинка (C) вычисляют по формуле

$$C = \frac{V_1}{V_2},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, см³;

V_2 — объем раствора сернокислого цинка, см³.

3.4.3. *Определение массовой доли оксида железа* (FeO, Fe_2O_3)

3.4.3.1. Проведение анализа

В стакан вместимостью 300 см³ отбирают пипеткой 25 см³ фильтрата кислотной вытяжки (п. 3.3.3), добавляют 30 см³, прибавляют в качестве индикатора 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и нейтрализуют раствором аммиака (1 : 1) до pH 1,5—2,0 по универсальному индикатору. Затем прибавляют 1–2 капли соляной кислоты (1 : 1), раствор подогревают до (47±2)°С и титруют раствором концентрации c (½ трилона Б) = =0,05 моль/дм³ до исчезновения красно-фиолетовой окраски от сульфосалицилата железа и появления лимонно-желтой окраски или при малых количествах железа до обесцвечивания.

3.4.3.2. Обработка результатов

Массовую долю оксидов железа ($X_{FeO,\ Fe_2O_3}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{FeO,\ Fe_2O_3} = \frac{V_1 \cdot 0{,}00199 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б концентрации точно c (½ трилона Б) = 0,05 моль/дм³,

m — масса пробы, взятая для титрования, г;

0,00199 — масса оксида железа, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно 0,05 моль/дм³, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,06% при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Абсолютная суммарная погрешность результата анализа не превышает ±0,05%.

3.4.4. *Определение массовой доли оксида алюминия* (Al_2O_3).

3.4.4.1. Проведение анализа

В стакан вместимостью 300 см³ отбирают пипеткой 50 см³ фильтрата кислотной вытяжки (п. 3.3.3), нейтрализуют раствором едкого натра до появления мути, затем прибавляют еще 40 см³ гидроксида натрия, осторожно кипятят 2—3 мин и выдерживают 5—10 мин на кипящей водяной бане. После этого раствор с осадком быстро охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³. Объем раствора доводят водой до метки, тщательно перемешивают и фильтруют через двойной беззольный складчатый фильтр.

Первые порции фильтрата отбрасывают, затем пипеткой отбирают 50 см³ фильтрата в коническую колбу вместимостью 300 см³, нейтрализуют раствор вначале крепкой соляной кислотой, а затем разбавленной (1 : 1) по индикаторной бумаге «конго» от красного до сиреневого цвета (pH 1—2). После этого из бюретки прибавляют 8–10 см³ раствора концентрации c ($^1/_2$ трилон Б) = = 0,05 моль/дм³, 20 см³ ацетатного буферного раствора и осторожно кипятят 2 мин. Раствор быстро охлаждают и избыток трилона Б оттитровывают раствором концентрации c ($^1/_2ZnSO_4$) — = 0,05 моль/дм³ в присутствии ксиленолового оранжевого около 0,05 г до изменения желтой окраски раствора в красно-фиолетовую.

3.4.4.2. Обработка результатов

Массовую долю оксида алюминия ($X_{Al_2O_3}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Al_2O_3} = \frac{(V_2 - V_1 \cdot C) \cdot 0{,}001275 \cdot 100}{m},$$

где V_2 — объем прибавленного раствора трилона Б концентрации точно c ($^1/_2$ трилона Б) = 0,05 моль/дм³, см³;

V_1 — объем раствора сернокислого цинка концентрации точно c ($^1/_2$ $ZnSO_4$) = 0,05 моль/дм³, израсходованный на обратное титрование раствора трилона Б, см³;

C — соотношение концентраций растворов трилона Б и сернокислого цинка, определяемое в соответствии с п. 3.4.2;

0,001275 — масса оксида алюминия, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно 0,05 моль/дм³, г;

m — масса пробы, взятая для титрования, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,10% при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Абсолютная суммарная погрешность результатов анализа не превышает ±0,15%.

3.4.5. Массовую долю полуторных оксидов ($X_{R_2O_3}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{R_2O_3} = X_1 + X_2,$$

где X_1 — массовая доля оксидов железа, определяемая в соответствии с п. 3.4.3.2, %;

X_2 — массовая доля оксида алюминия, определяемая в соответствии с п. 3.4.4.2, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,15% при доверительной вероятности $P=0,95$.

Абсолютная суммарная погрешность результата анализа не превышает ±0,20%.

3.5. Определение массовой доли воды производится гравиметрическим методом или емкостным методом с использованием высокочастотного дискретного влагомера ВЧВ-5Д, допускается также применять другие инструментальные методы анализа, имеющие границу абсолютной погрешности измерения не выше ±0,15%.

При разногласиях в оценке массовой доли воды применяют гравиметрический метод.

3.6. **Определение массовой доли воды (гравиметрический метод).**

3.6.1. Определение массовой доли воды в апатитовом концентрате в диапазоне от 0,2 до 2,0% проводят гравиметрическим методом. Метод основан на измерении потери массы воды путем высушивания анализируемой пробы при заданной температуре до постоянной массы.

3.6.2. Аппаратура и реактивы

Электрошкаф сушильный СНОЛ 6,0.5, 0.5,0/4 или другой аналогичный.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104 или аналогичные не ниже 2-го класса точности.

Набор гирь по ГОСТ 7328.

Эксикатор (исполнение 2 или 1) по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания.

Силикагель по ГОСТ 3956.

Кальция хлорид.

3.6.3. Проведение анализа

Навеску апатитового концентрата массой 10 г, взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в стакан-

чик для взвешивания, предварительно высушенный до постоянной массы, и сушат в сушильном шкафу при температуре (105±5)°С до постоянной массы. Стаканчик охлаждают в эксикаторе над хлоридом кальция или силикагелем и взвешивают.

3.6.4. Обработка результатов

Массовую долю воды (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{(m-m_1)\cdot 100}{m},$$

где m — масса продукта до высушивания, г;

m_1 — масса продукта после высушивания, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,10% при доверительной вероятности $P=0,95$.

Абсолютная суммарная погрешность результата анализа не превышает ±0,15%.

3.7. Определение остатка на сите проводят методом сухого или мокрого рассева.

При разногласиях в оценке остатка на сите определение проводят методом мокрого рассева по ГОСТ 24598.

3.8. **Определение остатка на сите (метод сухого рассева)**

3.8.1. Аппаратура

Весы общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Анализатор ситовой любого типа.

3.8.2. Проведение испытания

200 г высушенного апатитового концентрата взвешивают на технических весах с точностью до первого десятичного знака и переносят на сито с номинальным размером стороны ячейки в свету 0,160 мм. Сито закрывают крышкой, ставят на поддон и встряхивают на вибрационном приборе в течение 30 мин. По окончании встряхивания внутренние края сита обметают кистью и вновь встряхивают в течение 3 мин.

Полученный остаток на сите количественно переносят на часовое стекло и взвешивают с погрешностью не более 0,1 г.

3.8.3. Обработка результатов

Остаток на сите (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X=\frac{m_1\cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса остатка на сите, г;

m — масса апатитового концентрата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 1,0% при доверительной вероятности $P=0,95$.

Абсолютная суммарная погрешность результата анализа не превышает $\pm 1,5\%$

4. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Апатитовый концентрат транспортируют насыпью в специализированных крытых вагонах, в крытых вагонах-хопперах и на судах морского, речного флота в соответствии с ГОСТ 22235, правилами перевозки грузов, действующими на данных видах транспорта, и техническими условиями погрузки и крепления грузов, утвержденными МПС.

4.2. Апатитовый концентрат при сухих способах разгрузки хранят в закрытых складах, защищающих продукт от влаги и загрязнения, а при гидроразгрузке хранение возможно в открытых складах, исключающих загрязнение продукта. Срок хранения продукта не ограничен.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ ОКСИДА ФОСФОРА В АПАТИТОВОМ КОНЦЕНТРАТЕ С ПРИМЕНЕНИЕМ МНОГОКАНАЛЬНЫХ РЕНТГЕНОВСКИХ СПЕКТРОМЕТРОВ

Настоящая методика устанавливает порядок определения массовой доли оксида фосфора (P_2O_5) от 36,00 до 40,50%.

1. Общие требования

1.1. Метод основан на регистрации и анализе спектра характеристического рентгеновского излучения при облучении исследуемой пробы потоком квантов рентгеновского излучения.

1.2. Абсолютная суммарная погрешность определения массовой доли оксида фосфора с доверительной вероятностью $P=0,95$ не превышает $\pm 0,30\%$.

1.3. Средства измерений и вспомогательные устройства размещают в лабораторных помещениях с колебаниями температуры 18—30°С и влажностью воздуха 45—75%.

1.4. Напряжение питания — (220±11) В.

1.5. Температура охлаждающей воды — не более (20±2)°С; расход — не менее 3,0 $дм^3$/мин.

1.6. Условия эксплуатации многоканального рентгеновского спектрометра контролируют перед каждым измерением с помощью ЭВМ комплекса с выводом на внешнее устройство сообщений при отклонении контролируемых параметров от допустимых значений.

1.7. Подготовленные к измерениям стандартные образцы и рекалибровочные образцы хранят в эксикаторе.

2. Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы

2.1. Средства измерений

2.1.1. Измерения выполняются с помощью аналитического комплекса на базе многоканальных рентгеновских спектрометров фирмы ARL (Франция) или других спектрометров, обеспечивающих границу абсолютной погрешности $\pm 0,30\%$.

Многоканальный рентгеновский спектрометр должен быть аттестован со сходимостью показаний в каждом спектрометрическом канале не хуже 5% (отн.) при доверительной вероятности $P=0,95$.

2.1.2. Стандартные образцы состава предприятия (СОП) апатитового концентрата, аттестованные при доверительной вероятности $P=0,95$ с абсолютной погрешностью не более $\pm 0,05\%$.

2.1.3. Рекалибровочные образцы, приготовленные из СОП, — по п. 3.2.2.

2.2. Вспомогательные устройства

2.2.1. Устройство любого типа для измельчения пробы до крупности минус 0,074 мм.

2.2.2. Устройство любого типа для прессования или брикетирования пробы, обеспечивающее нагрузку до 20 т.

2.3. Реактивы и материалы

2.3.1. Спирт этиловый по ГОСТ 17299.

2.3.2. Кислота борная по ГОСТ 9656.

2.3.3. Аргон-метановая смесь.

3. Подготовка к измерению

3.1. Подготовку аналитического комплекса на базе рентгеновского спектрометра к вспомогательного оборудования к работе проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

3.2. Подготовка проб

3.2.1. В автоматической очищенную кассету засыпают не менее 7 г борной кислоты и прессуют кювету прямоугольного сечения под нагрузкой 1,5—2 т.

Исходный материал технологического помола тщательно перемешивают на пробоотделочном столе и отбирают методом квартования в кювету из борной кислоты до полного ее заполнения. Таблетку прессуют 40 с под нагрузкой (10±1) т.

3.2.2. Для приготовления рекалибровочных образцов исходные пробы СОП измельчают до крупности минус 0,074 мм и прессуются под нагрузкой (6±1).

3.2.3. Поверхность таблетки визуально контролируют на чистоту и трещиноватость.

3.3. Установление градуировочной характеристики

3.3.1. Калибровку производят не менее чем по 30 пробам, охватывающим весь диапазон измерения массовой доли P_2O_5 и проанализированным химическим методом анализа.

3.3.2. Калибровочные пробы готовят и измеряют в соответствии с настоящей методикой. Калибровочную зависимость соответствующего вида (разд. 5) рассчитывают методом наименьших квадратов с помощью ЭВМ аналитического комплекса.

3.3.3. Для периодической проверки калибровочной зависимости с целью учета аппаратурного дрейфа проводят рекалибровку.

Рекалибровку прибора проводят не реже одного раза за 6 ч путем измерения двух рекалибровочных образцов, приготовленных по п. 3.2.2 из СОП апатитового концентрата.

4. Проведение измерений

4.1. Подготовленную пробу устанавливают в измерительный блок спектрометра и измеряют интенсивности в выбранных для данного анализируемого продукта спектрометрических каналах.

За результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений.

4.2. Перечень команд для управления аналитическим комплексом при измерении и вычислениях устанавливается в соответствии с требованиями по эксплуатации многоканальных рентгеновских спектрометров с внешними устройствами.

5. Обработка результатов

5.1. Измеренные интенсивности преобразуют в массовые доли оксида фосфора ($C_{P_2O_5}$) по калибровочной зависимости вида

$$C_{P_2O_5} = a_0 + a_1 I_1 + a_2 I_1^2 + a_3 I_1^3 + \sum_i b_{1i} I_1 + \sum_i b_{2i} I_1^2 + \sum_i b_{3i} \frac{I_1}{I_k} + \sum_i b_{4i} \left(\frac{I_1}{I_k} \right)^2,$$

где I_1 — интенсивность в канале фосфора;

I_i, I_k — интенсивности в i и k-ом спектрометрических каналах, $i \neq k$;

a_i, b_i — коэффициенты, устанавливаемые в процессе калибровки (п. 3.3) индивидуально для конкретного спектрометра и анализируемого продукта.

5.2. Результаты вычислений выводят на внешнее печатающее устройство.

6. Точность измерений

6.1. Периодический контроль точности измерений проводят ежесменно путем сопоставления усредненных за смену измерений часовых проб (расчетное значение) и:

а) данных измерения среднесменных проб по настоящей методике;

б) данных химанализа среднесменных проб по ГОСТ 22275.

6.2. Расхождение сопоставляемых по п. 6.1 а) величин ΔC с вероятностью 0,95 не должно превышать $\pm 0{,}30\%$.

6.3. Расхождение сопоставляемых по п. 6.1 б) величины ΔC_x с вероятностью 0,95 не должно превышать $\pm 0{,}40\%$.

6.4. При контроле точности выполненных измерений возникает одна из следующих ситуаций:

а) $\Delta C \leqslant 0{,}30\%$; $\Delta C_x \leqslant 0{,}40\%$ — отклонение незначительно;

б) $\Delta C > 0{,}30\%$; $\Delta C_x \leqslant 0{,}40\%$ — значимо отклонение разового измерения;

в) $\Delta C \leqslant 0{,}30\%$; $\Delta C_x > 0{,}40\%$ — значимо расхождение с химанализом;

г) $\Delta C > 0{,}30\%$; $\Delta C_x > 0{,}40\%$ — отклонение значимо.

6.5. При возникновении указанной в п. 6.4 б) ситуации формируют дубликат среднесменной пробы и проводят повторное измерение.

6.6. При возникновении указанной в п. 6.4 в) ситуации формируют дубликат среднесменной пробы и проводят повторный химический анализ.

6.7. При возникновении указанной в п. 6.4 г) ситуации выполняют операции по пп. 6.5 и 6.6.

6.8. В случае десятикратного повторения указанных в пп. 6.4 б) — 6.4 г) ситуаций проводят калибровку прибора.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Государственной горнохимической ассоциацией

РАЗРАБОТЧИКИ

А. И. Тимченко, В. П. Сергеев, Р. С. Дейнекина, В. М. Белостоцкий, Л. Ф. Курапова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 № 3540

3. **Периодичность проверки — 5 лет**

4. **ВЗАМЕН ГОСТ 22275—76**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 12.1.005—88	1.3.2
ГОСТ 12.4.028—76	1.3.6
ГОСТ 61—75	3.4.2
ГОСТ 1770—74	3.3.2; 3.4.2
ГОСТ 3117—78	3.4.2
ГОСТ 3118—77	3.4.2
ГОСТ 3760—79	3.4.2
ГОСТ 3765—78	3.3.2
ГОСТ 3956—76	3.6.2
ГОСТ 4174—77	3.4.2
ГОСТ 4199—76	3.3.2
ГОСТ 4204—77	3.3.2; 3.4.2
ГОСТ 4217—77	3.4.2
ГОСТ 4328—77	3.3.2; 3.4.2
ГОСТ 4461—77	3.3.2; 3.4.2
ГОСТ 4478—78	3.4.2
ГОСТ 4517—87	3.3.2
ГОСТ 4919.1—77	3.3.2
ГОСТ 5716—74	3.1.2
ГОСТ 6341—75	3.3.2
ГОСТ 6613—86	1.2.1; 3.3.2
ГОСТ 6709—72	3.3.2; 3.4.2
ГОСТ 7328—82	3.3.2; 3.6.2
ГОСТ 9147—80	3.3.2
ГОСТ 9656—75	Приложение
ГОСТ 10398—76	3.4.2
ГОСТ 10652—73	3.4.2
ГОСТ 11293—89	3.3.2
ГОСТ 17299—78	3.3.2; Приложение
ГОСТ 18300—87	3.3.2

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 20292—74	3.3.2; 3.4.2
ГОСТ 20851.2—75	3.2
ГОСТ 22235—76	4.1
ГОСТ 22867—77	3.3.2
ГОСТ 24104—88	3.3.2; 3.6.2; 3.8.1
ГОСТ 24598—81	3.7
ГОСТ 25336—82	3.3.2, 3.6.2
ГОСТ 25794.1—83	3.3.2

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *А. М. Трофимова*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 11.02.91 Подп. в печ. 30.04.91 1,25 усл. п. л. 1,25 усл. кр.-отт. 1,19 уч.-изд. л. Тир. 2000 Цена 50 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557 Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 129