ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 25702.0-83— ГОСТ 25702.18-83

Издание официальное

МОСКВА — 1994

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.349.3-15:543.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Общие требования к методам анализа

Raremetallic concentrates.
General requirements to the methods of analysis

ГОСТ 25702.0—83*

ОКСТУ 1760

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 апреля 1983 г. № 1613 срок введения установлен

с 01.07.84

Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.88 № 3359 срок действия продлен до 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты: бадделеитовый, ильменитовый, иттросинхизитовый, лопаритовый, черновой ниобиевый (пирохлоровый), ниобиевый (пирохлоровый), рутиловый, танталитовый, черновой танталовый, целестиновый, цирконовый, устанавливает общие требования к методам анализа и требования безопасности при проведении анализа по определению их химического состава.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 27329—87.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Отбор и подготовка проб к анализу — по нормативно-технической документации.

1.3. Для анализа берут среднюю пробу, измельченную и гомогенизированную, с размером частиц не более 0,074 мм.

1.4. Определяемые компоненты и пределы определяемых массовых долей приведены в табл. 1.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (май 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89).*

Таблица 1

Определяемый компонент	Анализируемый концентрат	Метод анализа	Определяемая массовая доля, %	Обозначение стандарта
1. Окись алюминия	Ильменитовый	Комплексонометрический	2—6	ГОСТ 25702.1—83
		Спектральный	0,5—6	ГОСТ 25702.18—83
	Иттросинхизитовый	Комплексонометрический	2—3	ГОСТ 25702.1—83
	Рутиловый	Спектральный	0,2—3	ГОСТ 25702.18—83
	Целестиновый	Спектральный	0,05—3	ГОСТ 25702.18—83
	Цирконовый	Комплексонометрический	1,5—3	ГОСТ 25702.1—83
		Спектральный	0,2—3	ГОСТ 25702.18—83
2. Окись бария	Целестиновый	Атомно-абсорбционный	0,4—12	ГОСТ 25702.2—83
		Спектральный	0,02—12	ГОСТ 25702.18—83
3. Железо (закисное)	Ильменитовый	Титриметрический	30—35	ГОСТ 25702.3—83
4. Железо (общее)	Ильменитовый	Комплексонометрический	25—55	ГОСТ 25702.4—83
	Лопаритовый	Фотометрический	0,5—3	ГОСТ 25702.4—83
		Спектральный с индукционной плазмой	0,5—3	ГОСТ 25702.18—83
	Ниобиевый (пирохлоровый)	Комплексонометрический	10—25	ГОСТ 25702.4—83
	Рутиловый	Спектральный	0,5—4	ГОСТ 25702.18—83
	Целестиновый	Спектральный	0,05—3	ГОСТ 25702.18—83
5. Окись иттрия	Иттросинхизитовый	Рентгеноспектральный: по способу внутреннего стандарта	1—3	ГОСТ 25702.5—83

Определяемый компонент	Анализируемый концентрат	Метод анализа	Определяемых массовая доля, %	Обозначение стандарта
		по способу стандарта фона	1—3	ГОСТ 25702.5—83
		Спектральный	1—3	ГОСТ 25702.5—83
6. Окись кальция	Ниобиевый (пирохлоровый)	Атомно-абсорбционный	1—10	ГОСТ 25702.6—83
	Целестиновый	Атомно-абсорбционный	0,7—15	ГОСТ 25702.6—83
	Цирконовый	Спектральный	0,02—0,3	ГОСТ 25702.18—83
7. Двуокись кремния	Ильменитовый	Спектральный	0,5—6	ГОСТ 25702.18—83
	Иттросинхизитовый	Фотометрический	5—10	ГОСТ 25702.7—83
	Лопаритовый	Фотометрический	1,5—3	ГОСТ 25702.7—83
	Ниобиевый (пирохлоровый)	Гравиметрический	7—15	ГОСТ 25702.7—83
	Танталитовый	Фотометрический	5—15	ГОСТ 25702.7—83
	Рутиловый	Спектральный	0,3—3	ГОСТ 25702.18—83
	Целестиновый	Спектральный	0,05—3	ГОСТ 25702.18—83
	Цирконовый	Гравиметрический и фотометрический	28—30	ГОСТ 25702.7—83
8. Окись магния	Цирконовый	Спектральный	0,02—0,3	ГОСТ 25702.18—83
9. Пятиокись ниобия	Лопаритовый	Фотометрический	5—9	ГОСТ 25702.8—83
		Нейтронно-активационный	5—9	ГОСТ 25702.8—83
		Спектральный с индукционной плазмой	5—9	ГОСТ 25702.18—83
	Ниобиевый (пирохлоровый)	Дифференциальный фотометрический	25—65	ГОСТ 25702.8—83
		Фотометрический	25—56	ГОСТ 25702.8—83
		Нейтронно-активационный	25—65	ГОСТ 25702.8—83

Продолжение табл. 1

Определяемый компонент	Анализируемый концентрат	Метод анализа	Определяемая массовая доля, %	Обозначение стандарта
10. Сумма пятиокисей ниобия и тантала	Ниобиевый (пирохлоровый)	Гравиметрический	25—45	ГОСТ 25702.9—83
11. Редкоземельные элементы (сумма)	Иттросинхизитовый	Комплексонометрический	3—15	ГОСТ 25702.10—83
	Лопаритовый	Комплексонометрический	10—32	ГОСТ 25702.10—83
12. Сера	Ниобиевый (пирохлоровый)	Титриметрический (йодометрический)	0,02—0,15	ГОСТ 25702.11—83
	Рутиловый	Титриметрический (йодометрический)	0,02—0,15	ГОСТ 25702.11—83
13. Сернокислый стронций	Целестиновый	Атомно-абсорбционный	70—95	ГОСТ 25702.12—83
14. Пятиокись тантала	Лопаритовый	Экстракционно-фотометрический	0,5—0,7	ГОСТ 25702.13—83
		Нейтронно-активационный	0,5—0,7	ГОСТ 25702.13—83
		Спектральный с индукционной плазмой	0,5—0,7	ГОСТ 25702.18—83
	Танталитовый	Экстракционно-гравиметрический	10—60	ГОСТ 25702.13—83
	Танталовый	Экстракционно-фотометрический	0,1—2	ГОСТ 25702.13—83
15. Двуокись титана	Ильменитовый	Дифференциальный фотометрический	35—65	ГОСТ 25702.14—83
		Оксидиметрический	35—65	ГОСТ 25702.14—83
	Лопаритовый	Дифференциальный фотометрический	38—40	ГОСТ 25702.14—83

Продолжение табл. 1

Определяемый компонент	Анализируемый концентрат	Метод анализа	Определяемая массовая доля, %	Обозначение стандарта
16. Пятиокись фосфора (общего)		Спектральный с индукционной плазмой	36—40	ГОСТ 25702.18—83
	Ниобиевый (пирохлоровый)	Фотометрический	4—15	ГОСТ 25702.14—83
	Рутиловый	Дифференциальный фотометрический	85—99	ГОСТ 25702.14—83
		Оксидиметрический	85—99	ГОСТ 25702.14—83
	Цирконовый	Спектральный	0,1 1,5	ГОСТ 25702.18—83
	Ильменитовый	Фотометрический (по фосфорно-ванадий-молибденовому гетерополикомплексу)	0,05—0,5	ГОСТ 25702.15—83
	Рутиловый	Фотометрический (по фосфорно-ванадий-молибденовому гетерополикомплексу)	0,05—0,3	ГОСТ 25702.15—83
	Ниобиевый (пирохлоровый)		0,05—1	ГОСТ 25702.15—83
	Цирконовый		0,05—0,3	ГОСТ 25702.15—83
	Лопаритовый	Фотометрический (по синей форме фосфорно-молибденового гетерополикомплекса)	0,05—0,5	ГОСТ 25702.15—83
	Рутиловый	Фотометрический (по синей форме фосфорно-молибденового гетерополикомплекса)	0,05—0,3	ГОСТ 25702.15—83
	Цирконовый	Фотометрический (по синей форме		

Продолжение табл. 1

Определяемый компонент	Анализируемый концентрат	Метод анализа	Определяемая массовая доля, %	Обозначение стандарта
		фосфорно-цирконий-молибденового гетерополикомплекса)	0,05—0,3	ГОСТ 25702.15—83
17. Пятиокись фосфора, связанного в виде апатита	Лопаритовый Ниобиевый (пирохлоровый) (черновой)	Фотометрический (по желтой форме фосфорно-ванадий-молибденового гетерополикомплекса)	0,05—0,5 2—20	ГОСТ 25702.15—83 ГОСТ 25702.15—83
18. Окись хрома	Ильменитовый	Фотометрический: с дифенилкарбазидом	0,01—0,3	ГОСТ 25702.16—83
		в виде хромата натрия	0,3—2,5	ГОСТ 25702.16—83
		Спектральный	0,1—3	ГОСТ 25702.18—83
19. Двуокись циркония	Бадделеитовый	Комплексонометрический	75—98	ГОСТ 25702.17—83
	Цирконовый	Комплексонометрический	60—67	ГОСТ 25702.17—83
	Рутиловый	Спектральный	0,3—2,5	ГОСТ 25702.18—83

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.5. При определении массовых долей компонентов в концентратах методами, указанными в ГОСТ 25702.1-83—ГОСТ 25702.17-83, одновременно определяют массовую долю гигроскопической влаги по ГОСТ 22939.2—78 и вычисляют коэффициент пересчета (K) по формуле

$$K = \frac{100}{100-m},$$

где m — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемом концентрате, %.

1.6. При определении массовых долей компонентов концентратов спектральным методом анализу подвергают пробу, высушенную при температуре (105±5) °С до постоянной массы, если не указана другая температура.

1.7. Для взятия навесок используют аналитические лабораторные весы ВЛР-200Г, технические весы ВПТ-1, торсионные весы ВТ-500 по ГОСТ 13718—68 или аналогичных типов.

1.8. Массу навесок анализируемых концентратов при определении основного компонента и материала, используемого для приготовления образцов сравнения и основных растворов, взвешивают с погрешностью не более ±0,0002 г.

Массу навесок анализируемых концентратов при определении примесных элементов, индикаторов для приготовления растворов или индикаторных смесей взвешивают с погрешностью не более ±0,001 г, массу навески реактивов для приготовления титрованных и вспомогательных растворов — с погрешностью не более ±0,01 г, плавней — с погрешностью не более ±0,1 г.

1.9. Для проведения операций прокаливания и сплавления веществ с плавнями применяют муфельные лабораторные электропечи МП-2УМ или печи аналогичных типов.

Для проведения работ, связанных с сушкой, определением влажности материалов, применяют сушильные шкафы ШС-150 или шкафы аналогичных типов.

1.10. Для нагревания растворов применяют электрическую плитку с закрытой спиралью по ГОСТ 14919—83.

1.7—1.10. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.11. Выражение «растворение при сильном нагревании» означает, что электрическая плитка обеспечивает температуру нагрева 500 °С, «при умеренном нагревании» — 350—400 °С, «при слабом нагревании» — 200 °С.

1.12. Для приготовления растворов и проведения анализов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709—72 и реактивы квалификации не ниже ч. д. а., если не указана иная квалификация.

1.12а. В стандартах на методы анализа использованы массовая (грамм на дециметр кубический) и молярная (моль на дециметр кубический) концентрации растворов.

В выражении «разбавленная 1:1, 1:2 и т. д.» первые цифры означают объемные части концентрированной кислоты или какого-либо раствора, вторые — объемные части воды.

1.12б. Массовую концентрацию основных растворов (при ее определении гравиметрическим методом), а также массовую концентрацию титранта по определяемому элементу и соотношение объемов растворов (в титриметрических методах) принимают и вычисляют как усредненный результат не менее трех параллельных определений. Вычисление проводят до четвертой значащей цифры.

1.12а; 1.12б. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

1.13. Для проведения анализа применяют мерную лабораторную посуду не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 20292—74 (бюретки, пипетки) и по ГОСТ 1770—74 (цилиндры, мензурки, колбы), а также стеклянную посуду (стаканы, колбы конические, воронки конические, эксикаторы и др.) по ГОСТ 25336—82, фарфоровую посуду и оборудование (тигли, лодочки, вставки для эксикаторов и др.) по ГОСТ 9147—80, посуду из прозрачного кварцевого стекла (тигли, колбы, пробирки и др.) по ГОСТ 19908—90, а также тигли и чашки из платины по ГОСТ 6563—75, посуду из стеклоуглерода марки СУ-2000.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.14. Допускается применять другую аппаратуру, материалы и реактивы при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в соответствующих стандартах на методы анализа.

1.15. При фотометрических определениях строят градуировочные графики, на оси абсцисс которых откладывают массу определяемого компонента в миллиграммах в общем объеме фотометрируемого раствора, а на оси ординат — усредненные значения оптических плотностей соответствующих им растворов, которые находят, проводя процедуру приготовления растворов для построения градуировочного графика и измерение их оптических плотностей не менее трех раз.

При построении градуировочного графика и проведении анализа используют одни и те же реактивы и растворы.

При атомно-абсорбционных определениях строят градуировочные графики, на оси абсцисс которых откладывают концентрацию определяемого компонента в мкг/см^3, а на оси ординат — ус-

редненные значения оптических плотностей (или высоты пиков) соответствующих им растворов.

Условия нахождения градуировочных характеристик для нейтронно-активационного, рентгеноспектрального и спектрального методов указаны в ГОСТ 25702.5—83, ГОСТ 25702.8—83, ГОСТ 25.702.13—83 и ГОСТ 25702.18—83.

1.16. При дифференциальных фотометрических методах результаты анализа вычисляют с использованием градуировочных графиков. Для расчетов результатов анализа допускается пользоваться градуировочными факторами, если предварительно установлено, что для данных конкретных условий анализа (данным методом, в данном интервале массовых долей и с данной аппаратурой) градуировочный график прямолинеен во всем рабочем интервале концентраций и измеренная оптическая плотность раствора с концентрацией определяемого компонента, равной его концентрации в растворе сравнения («нулевом» растворе), равна нулю.

Градуировочный фактор (F) для каждой концентрации стандартного раствора определяемого компонента вычисляют по формуле

$$F_i = \frac{m_i - m_1}{A_i},$$

где m_i — масса определяемого компонента во втором, третьем и т. д. растворах, мг;

m_1 — масса определяемого компонента в первом растворе (растворе сравнения), мг;

A_i — оптическая плотность раствора с массой определяемого компонента m_i относительно раствора сравнения.

По всем полученным значениям находят среднее арифметическое значение $\overline{F}_1$. Затем готовят новые растворы того же состава, определяют для них значение фактора F_i и вычисляют среднее арифметическое значение $\overline{F}_2$. Градуировочный фактор (F) вычисляют по формуле

$$F = \frac{\overline{F}_1 + \overline{F}_2}{2}.$$

1.17. При дифференциальных фотометрических методах анализа, в случае использования нейтральных светофильтров вместо растворов сравнения, предварительно три раза измеряют оптическую плотность нейтрального светофильтра относительно раствора сравнения при выбранной длине волны. Вычисляют среднее арифметическое значение оптической плотности нейтрального све-

тофильтра $\overline{A}_c$ и находят эквивалентное значение массы определяемого компонента (m_c) в миллиграммах по формуле

$$m_c = m_1 + \overline{A}_c \cdot F,$$

где m_1 — масса определяемого компонента в первом растворе (растворе сравнения), мг.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.18. При спектральном анализе почернения аналитических линий определяемых элементов и линий сравнения (или фона) должны находиться на линейной части характеристической кривой фотопластинки.

1.19. За окончательный результат анализа концентратов с помощью нейтронно-активационного метода при определении пятиокиси ниобия, регламентируемом ГОСТ 25702.8—83, принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, а при комплексонометрическом определении двуокиси циркония, регламентируемом ГОСТ 25702.17—83, — четырех параллельных определений, каждое из которых выполнено на отдельной навеске.

При всех других анализах, регламентируемых ГОСТ 25702.1-83 — ГОСТ 25702.18-83, за окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, каждое из которых выполнено на отдельной навеске.

Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и соответствующее значение допускаемого расхождения результатов параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.20. Разность (расхождение) между результатами двух параллельных определений или разность (расхождение) между наибольшим и наименьшим результатами трех или четырех параллельных определений с доверительной вероятностью $P=0{,}95$ не должна превышать значения допускаемых расхождений результатов параллельных определений, указанных в каждом стандарте на метод определения соответствующего элемента.

1.21. Допускаемые расхождения для промежуточных значений массовой доли определяемого компонента вычисляют методом линейной интерполяции.

График строят по приведенным в стандарте данным, по оси абсцисс которого откладывают массовую долю определяемого компонента в процентах, а по оси ординат — соответствующее значение допускаемого расхождения, в процентах.

1.22. Если расхождение между результатами параллельных определений превышает указанное значение, то анализ повторяют. Если и в этом случае расхождение между результатами параллельных определений превышает указанное значение, то проведение анализа данным методом прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших наблюдаемые расхождения.

1.21; 1.22. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.23. Правильность результатов анализа контролируют способами, указанными в пп. 1.23.1—1.23.4.

1.23.1. Правильность результатов анализа контролируют, используя стандартные образцы состава, близкие по химическому составу к анализируемым образцам. Результаты анализа считают правильными, если разность между полученной массовой долей определяемого компонента и соответствующим аттестованным значением, обозначенным в свидетельстве на стандартный образец, не превышает $^1/_2$ допускаемых расхождений между результатами двух параллельных определений, 1/2,8 допускаемых расхождений между результатами трех параллельных определений и $^1/_4$ допускаемых расхождений между результатами четырех параллельных определений, установленных соответствующими стандартами.

В табл. 2 приведены стандартные образцы состава, рекомендуемые для проверки правильности результатов анализа.

Таблица 2

Определяемый компонент	Обозначение стандарта	Стандартный образец
Двуокись кремния	ГОСТ 25702.7—83, п. 2.2.3	Тантало-ниобиевый концентрат СВТ-17 (№ 651—75 по Госреестру)
Пятиокись ниобия	ГОСТ 25702.8—83, пп. 4; 5	Лопаритовый концентрат СВТ-16А (№ 350—73 по Госреестру)
	п. 5	Колумбитовый концентрат СВТ-15 (№ 349—73 по Госреестру)
Пятиокись тантала	ГОСТ 25702.13—83, пп. 2; 3	Лопаритовый концентрат СВТ-16А (№ 350—73 по Госреестру)
	п. 4	Танталитовый концентрат СВТ-14 (№ 348—73 по Госреестру)
	п. 2	Тантало-ниобиевый концентрат СВТ-6 (№ 104—74 по Госреестру)
Двуокись титана	ГОСТ 25702.14—83, п. 2	Лопаритовый концентрат СВТ-16А (№ 350—73 по Госреестру)

Допускается контролировать правильность результатов анализа по отраслевым стандартным образцам состава редкометалли-

ческих концентратов и стандартным образцам состава предприятий, аттестованным по ГОСТ 8.315—78.

1.23.2. Если для одних и тех же массовых долей определяемого компонента имеется два метода, контроль правильности результатов анализа одного из них проводится сопоставлением с результатами анализа одной и той же «контрольной» пробы вторым методом. Результаты анализа серии проб считают правильными, если для одной из них (контрольной) удовлетворяется неравенство $d \leqslant 0{,}5\sqrt{d_1^2+d_2^2}$ (если анализы обоими методами выполняют на двух параллельных определениях);

$$d \leqslant 1{,}96\sqrt{\frac{d_1^2}{2{,}77^2}+\frac{d_2^2}{3{,}31^2}}$$

(если анализ проверяемым методом выполняют на двух параллельных определениях), а анализ вторым методом выполняют на трех параллельных определениях, где d — разность результатов анализа «контрольной» пробы, полученных проверяемым и вторым методами, d_1 и d_2 — допускаемые расхождения между параллельными определениями проверяемым и вторым методами соответственно.

1.23.1; 1.23.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

1.23.3. Правильность результатов анализа при использовании фотометрических, гравиметрических, титриметрических, атомно-абсорбционных и рентгенофлуоресцентных методов проверяют способом варьирования навесок. При этом берут предусмотренное методикой анализа число навесок n одной «контрольной» пробы из серии анализируемых проб массой в два раза меньше указанной в соответствующем стандарте и проводят все операции анализа, указанные в этой методике. Результаты анализа серии проб считают правильными, если разность (d) обоих результатов анализа «контрольной» пробы не превышает значения $d=0{,}7d_1$ при $n=2$ и $d=0{,}4d_1$ при $n=4$, где d_1 — допускаемое расхождение между результатами параллельных определений для определяемой массовой доли в соответствующем стандарте.

1.23.4. Правильность результатов анализа при использовании спектральных методов контролируют для каждого определяемого компонента при переходе к новому комплекту образцов сравнения. С этой целью для одной и той же пробы, содержащей определяемый компонент в контролируемом интервале значений массовой доли с использованием старого (ст) и нового (н) комплектов образцов сравнения, получают по четыре результата анализа и вычисляют среднее арифметическое значение $C_{ст}$ и $C_н$. Затем

находят разность большего и меньшего из полученных значений $C_{ст}$ и $C_{н}$. Результаты анализа считают правильными, если величина этой разности не превышает $^1/_2$ допускаемого расхождения между результатами двух параллельных определений, приведенного в соответствующем стандарте для содержания, равного $C_{ст}$. Контроль правильности проводят для каждого интервала между ближайшими по содержанию образцами сравнения по мере поступления на анализ соответствующих проб.

1.23.5. Проверку правильности результатов анализа концентрата данного типа проводят не реже одного раза в месяц и не менее $\frac{N}{20}$ раз в месяц, где N — число проб, проанализированных за месяц, с использованием тех же реактивов, растворов, аппаратуры, материалов и фотопластинок.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Требования безопасности при проведении химического анализа редкометаллических концентратов — по нормативно-технической документации, утвержденной в установленном порядке.

gost.e-ecolog.ru