МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ БАРИТОВЫЙ

Методы определения сульфата бария

Barite concentrate.
Methods for determination of barium sulphate

Дата введения 1997—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на баритовые концентраты и баритовые утяжелители и устанавливает гравиметрический и гамма-абсорбционный методы определения сульфата бария от 75 до 97 %.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3770—75 Аммоний углекислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4332—76 Калий углекислый — натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 27067—86 Аммоний роданистый. Технические условия

ТУ 6—09—1678—86 Фильтры обессоленные.

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

3.1 Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 30240.0.

3.2 При разногласиях в оценке качества баритовых концентратов (утяжелителей) арбитражным является гравиметрический метод. Гамма-абсорбционный экспресс-метод для оценки качества продукта применяется по соглашению заинтересованных сторон.

4 ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД (АРБИТРАЖНЫЙ)

Метод основан на осаждении бария в виде сульфата после разложения навески пробы в кислотах, сплавлении нерастворимого остатка с карбонатом калия — натрия и взвешивании прокаленного осадка.

4.1 Аппаратура, реактивы и растворы

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Электропечь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева до 1000 °С.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента», «синяя лента» по ТУ 6—09—1678.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 и 1:100.

Натрий углекислый по ГОСТ 83 или аммоний углекислый по ГОСТ 3770, раствор с массовой долей 1 %.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей 25 %.

Калий углекислый — натрий углекислый по ГОСТ 4332, безводный.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей 2 %.

4.2. Проведение анализа

Навеску баритового концентрата массой 0,5000 г помещают в коническую колбу или стакан вместимостью 250 см³, прибавляют 10—15 см³ соляной кислоты, нагревают 5 мин, добавляют 2,5—5 см³ азотной кислоты и кипятят 5—10 мин. Добавляют около 1 г хлористого натрия, выпаривают раствор почти досуха. Приливают 5 см³

соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. К остатку прибавляют 5 см³ соляной кислоты, нагревают 1—2 мин, добавляют 100 см³ воды, кипятят 3—5 мин и охлаждают в проточной воде в течение 1 ч.

Содержимое колбы фильтруют через фильтр типа «синяя лента», уплотненный фильтробумажной массой. Фильтр с осадком промывают раствором соляной кислоты, разбавленной 1:100, до отрицательной реакции на трехвалентное железо (проба с роданистым аммонием). Фильтрат может быть использован для определения железа, суммы кальция и магния.

Осадок с фильтром переносят в платиновый тигель, сушат, озоляют и прокаливают при 700—800 °С. Прокаленный осадок перемешивают с 5—6 г углекислого калия — натрия, покрывают сверху 1 г этого же реактива и сплавляют в муфельной печи при 850—900 °С до полного расплавления смеси.

Остывший тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ горячей воды и нагревают до полного вещелачивания плава и превращения его в тонкий порошок.

Тигель обмывают горячей водой. Осадок карбонатов отфильтровывают на фильтр типа «белая лента», уплотненный фильтробумажной массой, промывают 4—5 раз горячим раствором углекислого натрия или аммония, затем 3—4 раза горячей водой. Осадок с фильтра смывают горячей водой в стакан, где проводилось выщелачивание, и растворяют в 10 см³ соляной кислоты 1:1 при нагревании. Раствор фильтруют через тот же фильтр в чистую коническую колбу вместимостью 500 см³ или стакан вместимостью 600 см³. Фильтр промывают 8—10 раз горячей водой. Фильтрат, объем которого должен быть 250—300 см³, нагревают до кипения, прибавляют 10 см³ горячего раствора серной кислоты 1:9 и кипятят в течение 5 мин до коагуляции осадка. Раствор с осадком сульфата бария оставляют на теплом месте при 60—70 °С 2—3 ч или при 15—20 °С не менее чем на 12 ч. Затем осадок отфильтровывают на фильтр «синяя лента», уплотненный фильтробумажной массой; осадок на фильтре промывают теплой водой до отрицательной реакции на хлорид-ион (проба с азотнокислым серебром).

Фильтр с осадком переносят во взвешенный тигель, осторожно, без воспламенения, озоляют и прокаливают в муфельной печи при 800—850 °С в течение 30—40 мин. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

4.3 Обработка результатов

4.3.1 Массовую долю сульфата бария X, % вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m}, \qquad (1)$$

где m_1 — масса прокаленного осадка, г;

m — масса навески пробы, г.

4.3.2 Расхождение результатов параллельных определений d (разность большего и меньшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа D (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблице 1.

4.3.3 Контроль точности анализа осуществляют с помощью стандартных образцов по ГОСТ 30240.0.

4.3.4 Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P=0,95$) не должна превышать предела Δ при выполнении условий 4.3.2 и положительных результатах контроля точности анализа по 4.3.3 (таблица 1).

Таблица 1

В процентах

Массовая доля сульфата бария	Δ	d	D
От 75,0 до 80,0 включ.	0,5	0,5	0,7
Св. 80,0 » 90,0 »	0,6	0,6	0,8
Св. 90,0	0,6	0,6	0,9

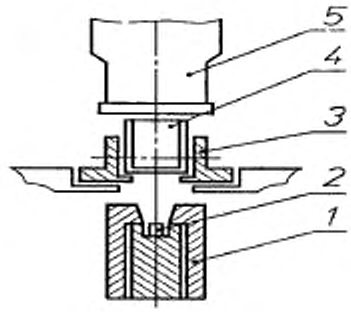
5 ГАММА-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД (ЭКСПРЕСС-МЕТОД)

Метод основан на просвечивании анализируемых проб потоком γ-излучения радионуклида Am=241 и определении массовой доли сульфата бария по интенсивности прошедшего через пробу излучения.

Вариации массовых долей свинца, стронция, цинка, железа не должны превышать ±0,5; ±1,0; ±2,5; ±3,0 % соответственно.

5.1 Аппаратура и материалы

Устройство для просвечивания навесок анализируемых проб (рисунок 1).



1 — контейнер-коллиматор; *2* — источник излучения; *3* — свинцовый преподержатель; *4* — измерительная кювета; *5* — блок детектирования

Рисунок 1 — Установка для просвечивания навесок анализируемых проб

Кювета измерительная из оргстекла в виде цилиндрического стакана внутренним диаметром 16 мм, высотой 25 мм, толщиной дна и стенок (1±0,1) мм.

Цилиндр металлический (сталь, латунь) диаметром 15,95 мм, высотой 50 мм для разравнивания и уплотнения навески в измерительной кювете.

Допускается применять измерительную кювету и металлический цилиндр других размеров и, соответственно, массу навески пробы, указанную в 5.3, при условии получения поверхностной плотности (массовой толщины рабочего слоя) 1,40 — 1,75 г/см^3.

Внутренняя поверхность кюветы, боковая поверхность и рабочий торец металлического цилиндра должны быть полированы.

Гамма-спектрометр сцинтилляционный, состоящий из сцинтилляционного блока детектирования спектрометрического типа 6931-17 (БДЭГ-22) или аналогичного, многоканального амплитудного анализатора типа РПС 4—01 («Гагара»), Квант-С, РРША-1, РРК-103 («Поиск») или аналогичного с встроенным таймером и пересчетным прибором.

Допускается применять экспериментальные (опытные) образцы специально разработанных гамма-абсорбционных анализаторов баритового концентрата (в том числе с автоматической обработкой результатов измерений), обеспечивающих получение результатов с метрологическими характеристиками не ниже установленных в настоящей методике.

Источник радионуклидный Am-241 типа ИГИА-1-4 активностью $1{,}3 \cdot 10^9$ Бк.

Стандартные образцы состава баритового концентрата с аттестованной массовой долей сульфата бария в соответствии с ГОСТ 8.315, категории СОП, или контрольные пробы баритового концентрата, проанализированные гравиметрическим методом в соответствии с разделом 4 не менее трех раз каждая с усредненным результатом анализа, близкие по составу анализируемым пробам.

5.2 Подготовка к анализу

5.2.1 *Подготовка аппаратуры*

Аппаратуру подготавливают к измерениям в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Ширину окна канала анализатора устанавливают равной 30 кэВ в области основной линии радионуклида Am-241 (59,6 кэВ).

Продолжительность измерений для указанной конструкции устройства и активности источника Am-241 — не менее 50—60 с.

5.2.2 *Градуировка аппаратуры*

Градуировку аппаратуры выполняют по стандартным образцам предприятия или контрольным пробам не менее чем по пяти точкам, равномерно отстоящим друг от друга в рабочем диапазоне измерения.

В измерительную кювету засыпают навеску контрольной пробы или стандартного образца массой 3,500 г. Легким постукиванием кюветы о твердую горизонтальную поверхность с одновременным вращением кюветы предварительно разравнивают и уплотняют пробу. Окончательно разравнивают и уплотняют пробу с постоянным усилием металлическим цилиндром. Поверхность пробы в кювете должна быть плоской и гладкой, стенки чистыми. Потери массы пробы при заполнении кюветы не допускаются.

Измерительную кювету с пробой помещают в прободержатель и измеряют интенсивность излучения, прошедшего через пробу (общее число импульсов за определенный промежуток времени не менее 50—60 с).

Измерения выполняют на трех навесках и результат усредняют.

По полученным данным строят градуировочный график в координатах общее число импульсов — массовая доля сульфата бария в процентах.

Перед началом работы по двум контрольным пробам проверяют градуировочный график.

Расхождения найденных массовых долей сульфата бария в контрольных пробах с установленными значениями не должны превышать 0,5 %.

Если это условие не соблюдается, а также при замене источника излучения или изменении режима работы аппаратуры график корректируют.

5.3 Проведение анализа

Навеску пробы массой 3,500 г помещают в измерительную кювету и далее анализ продолжают, как описано в 5.2.2.

Измерения выполняют на двух навесках пробы.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю сульфата бария находят по градуировочному графику.

5.4.2 Расхождения результатов параллельных определений d (разность большего и меньшего результатов параллельных определений) и результатов анализа D (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать 0,3 и 0,5 % соответственно.

5.4.3 Точность анализа контролируют не реже одного раза в месяц сопоставлением с результатами анализа, полученными гравиметрическим методом в соответствии с разделом 4.

Контрольному химическому анализу подвергаются не менее 10 % проб, проанализированных гамма-абсорбционным методом. Не допускается применять для контроля точности пробы, используемые для построения градуировочного графика.

Анализ считают точным, если абсолютная разность результатов анализа гамма-абсорбционного и гравиметрического методов не превышает 1,3 %.

5.4.4 Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P=0,95$) не должна превышать предела $_{\Delta}$, равного 0,9 % при выполнении условий 5.4.2 и положительных результатах контроля точности анализа по 5.4.3.

УДК 662.368.98—15:546.431.06:006.354 ОКС 73.060 А39 ОКСТУ 2141

Ключевые слова: концентрат баритовый, методы анализа, сульфат бария, гравиметрический метод, гамма-абсорбционный метод

gost.e-ecolog.ru