ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 59117— 2020

КОНЦЕНТРАТ СУРЬМЯНЫЙ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Научно-исследовательский институт цветных металлов «ГИНЦВЕТМЕТ» (АО «Институт «ГИНЦВЕТМЕТ»), Закрытым акционерным обществом «Региональный центр Механобр Инжиниринг Аналит» (ЗАО «Региональный центр Механобр Инжиниринг Аналит»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 373 «Цветные металлы и сплавы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 октября 2020 г. № 903-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2020

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 Термины и определения. 3
4 Технические требования 3
5 Требования безопасности 4
6 Правила приемки 5
7 Методы испытаний 5
8 Упаковка, транспортирование и хранение 22
Библиография 23

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОНЦЕНТРАТ СУРЬМЯНЫЙ

Технические условия

Antimony concentrate. Technical specifications

Дата введения — 2021—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сурьмяные концентраты, получаемые при обогащении сурьмяных руд и предназначенные для производства металлической сурьмы и ее соединений.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие документы:

ГОСТ 8.315 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.0.002 Система стандартов безопасности труда. Термины и определения

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.016 Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.009 Система стандартов безопасности труда. Работы погрузочно-разгрузочные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 200 Реактивы. Натрий фосфорноватистокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 859 Медь. Марки

ГОСТ 1089 Сурьма. Технические условия

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО1042—83, ИСО4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 1973 Ангидрид мышьяковистый. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640 Цинк. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 3769 Реактивы. Аммоний сернокислый. Технические условия

ГОСТ 3778 Свинец. Технические условия

ГОСТ 3885 Реактивы особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб и фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 4145 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4147 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4167 Реактивы. Медь двухлористая 2-водная. Технические условия

ГОСТ 4199 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4217 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4457 Реактивы. Калий бромновато-кислый. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых в анализе

ГОСТ 4518 Реактивы. Аммоний фтористый. Технические условия

ГОСТ 5100 Сода кальцинированная техническая. Технические условия

ГОСТ 5457 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 5539 Глет свинцовый. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9077 Кварц молотый пылевидный. Общие технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9285 Калия гидрат окиси технический. Технические условия

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10163 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 13610 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия

ГОСТ 14180 Руды и концентраты цветных металлов. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определение влаги

ГОСТ 14192 Маркировка грузов

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 20490 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 25794.2 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 25794.3 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29228 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

ГОСТ 29251 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30302 Контейнеры специализированные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

ГОСТ Р 8.563 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-4 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 4. Основные методы определения правильности стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 50610 Контейнеры специализированные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ Р 53198 Руды и концентраты цветных металлов. Общие требования к методам анализа

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 53876 Крахмал картофельный. Технические условия

СП 44.13330.2011 «СНиП 2.09.04-87Административные и бытовые здания».

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и сводов правил в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный документ, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого документа с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого документа с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ Р ИСО 5725-2, ГОСТ Р ИСО 5725-4, ГОСТ Р ИСО 5725-6, ГОСТ Р 8.563 и ГОСТ Р 53198.

4 Технические требования

4.1 Основные положения

4.1.1. Концентраты сурьмяные всех марок должны соответствовать требованиям настоящего стандарта.

4.1.2 Сурьмяный концентрат производится двух видов: флотационный марок КСуФ 1, КСуФ 2, КСуФ 3, КСуФ 4 и штуфной марки КСуШ.

4.1.3 Показатели качества сурьмяного концентрата должны соответствовать нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Нормируемые показатели сурьмяных концентратов

Марка концентрата	Код ОКПД 2	Сурьма общая, %	Мышьяк,%, не более	Влага,%, не более
КСуФ 1	07.29.19.222	60	0,50	5
КСуФ 2	07.29.19.222	50	0,40	5
КСуФ 3	07.29.19.222	40	0,30	5
КСуФ 4	07.29.19.222	30	0,25	5
КСуШ 1	07.29.19.222	30	0,25	5
Примечание — По согласованию поставщика и потребителя допускается увеличение массовой доли мышьяка в концентрате до 0,7 % и выше, а также увеличение процента влаги в концентрате.				

4.1.4 Золото и серебро в концентратах не нормируются, но определяются.

4.1.5 Максимальный размер штуфного концентрата не должен превышать 250 мм.

4.1.6 Наличие посторонних примесей (куски породы, металл, дерево и др.) в концентрате не допускается.

4.1.7 Сурьмяный концентрат поставляют в контейнерах для перевозки концентратов руд цветных металлов типа СК 2 — СК 5 по ГОСТ 30302 и в специализированных мягких контейнерах типа МКР по ГОСТ Р 50610.

4.1.8 Транспортная маркировка согласно ГОСТ 14192.

4.1.9 Дополнительно на каждый контейнер должны быть нанесены надписи — трафарет (или надежно закреплена бирка), в которых(ой) указывают:

- наименование предприятия или его условное обозначение;
- марки концентрата;
- номер партии;
- вес брутто;
- страну-производителя.

5 Требования безопасности

5.1 Сурьмяный концентрат, основой которого является сульфид сурьмы (антимонит), не является химически опасным веществом согласно [1].

5.2 Пыль сурьмяного концентрата, в которой присутствуют трехвалентные сульфиды сурьмы, относится ко второму классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

5.3 Пыль сурьмяного концентрата оказывает раздражающее действие на органы дыхания, пищеварения и кожу. Возможны аллергические заболевания кожи.

5.4 Предельно допустимая концентрация пыли трехвалентных сульфидов сурьмы в воздухе рабочей зоны не должна превышать 1 мг/м^3 в пересчете на сурьму по ГОСТ 12.1.005.

5.5 Контроль за содержанием пыли сурьмяного концентрата в воздухе рабочей зоны осуществляют согласно требованиям ГОСТ 12.1.005.

5.6 Уборка пыли сурьмяного концентрата должна проводиться мокрым способом.

Утилизацию пыли сурьмяного концентрата осуществляют добавлением ее к основной массе концентрата с предварительным увлажнением.

5.7 Реактивы и прочие расходные материалы, используемые в анализах проб сурьмяного концентрата, и требования безопасности при работе с ними должны соответствовать нормативно-техническим документам на эти материалы, утвержденным в установленном порядке.

5.8 Работающим с сурьмяным концентратом должны предоставляться бытовые или санитарно-бытовые помещения согласно СП 44.13330.2011.

5.9 При работе с сурьмяным концентратом работников необходимо обеспечивать спецодеждой и средствами индивидуальной защиты органов дыхания (СИЗОД) согласно типовым нормам [2].

5.10 Работающие с сурьмяным концентратом должны:

- защищать органы дыхания респираторами;
- не принимать пищу в рабочих помещениях;
- быть обеспечены спецодеждой;
- проходить предварительные и периодические медицинские осмотры.

5.11 Для защиты органов дыхания при работе с сурьмяным концентратом необходимо применять (СИЗОД).

5.12 Производственные помещения и лаборатории, в которых проводятся работы с сурьмяным концентратом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021 и дополнительной аспирационной вентиляцией, обеспечивающими санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны по ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.016.

5.13 Санитарно-гигиенические требования к организации технологических процессов, производственному оборудованию, помещениям должны быть обеспечены согласно санитарным правилам для предприятий цветной металлургии по ГОСТ 12.0.002.

5.14 Предварительное обучение рабочих безопасности труда следует проводить по ГОСТ 12.0.004.

5.15 При работе с сурьмяным концентратом должны соблюдаться правила безопасности при дроблении, сортировке, обогащении полезных ископаемых, окусковании руд и концентратов согласно ГОСТ 12.1.005.

5.16 Рабочие места должны иметь освещение в соответствии с санитарными нормами и правилами по ГОСТ 12.0.002.

5.17 Электрические приборы должны соответствовать правилам устройства электроустановок, а их эксплуатация должна проводиться в соответствии с ГОСТ 12.2.007.0.

5.18 К работе в аналитических лабораториях допускаются лица не моложе 18 лет, квалификация которых соответствует выполняемой работе, прошедшие предварительный медосмотр и допущенные по состоянию здоровья к работе с вредными веществами.

5.19 Работающие в лаборатории должны проходить периодический медицинский осмотр.

5.20 Лабораторные помещения должны быть оснащены первичными средствами пожаротушения в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004 и ГОСТ 12.4.009.

5.21 Сурьмяный концентрат пожаровзрывобезопасен.

6 Правила приемки

6.1 Приемка каждой партии сурьмяного концентрата предприятием-потребителем проводится на соответствие требованиям настоящего стандарта.

6.2 Сурьмяный концентрат поставляют партиями.

Партией считают концентрат одной марки, отправляемый в один адрес, массой не менее 1 т.

Каждая партия сопровождается (кроме отгрузочного сертификата) документом о качестве (расчет-сертификат), в котором указывают:

- товарный знак или наименование предприятия-изготовителя;
- наименование продукции и ее марку;
- номер партии;
- количество мест и количество грузовых мест;
- массу нетто и брутто;
- результаты анализа;
- дату изготовления;
- обозначение настоящего стандарта;
- штамп контролера ОТК или его подписи.

Предприятиям-поставщикам, гарантирующим содержание нормируемых примесей значительно ниже допустимых настоящим стандартом, по договоренности с предприятием-потребителем допускается отправка концентрата без определения примесей.

6.3 Сурьмяный концентрат принимают в соответствии с настоящим стандартом.

6.4 При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному показателю проводят повторный анализ по показателю с неудовлетворительным результатом на удвоенном количестве проб, взятых от той же партии. Результаты повторных анализов считаются окончательными и распространяются на всю партию.

7 Методы испытаний

7.1 Каждая партия сурьмяного концентрата подвергается визуальному осмотру на соответствие требованиям 4.1.5 и 4.1.6.

Для проверки состояния упаковки и маркировки внешнему осмотру подвергается каждый контейнер.

7.2 Отбор и подготовку проб для химического анализа от каждого контейнера проводят по ГОСТ 14180.

Для штуфных сурьмяных концентратов отбирают каждый пятый контейнер партии. Концентрат дробят до крупности 20—30 мм.

Дальнейшую подготовку проб проводят в соответствии с ГОСТ 14180.

7.3 Анализ сурьмяного концентрата проводят по методикам, приведенным в настоящем стандарте.

Допускается применение других методик, если их метрологические характеристики не уступают характеристикам методик, приведенных в 7.5.

При разногласиях в оценке качества сурьмяного концентрата применяют методы анализа, приведенные в 7.5.

7.4 Общие требования к методам химического анализа — по ГОСТ Р 53198.

7.4.1 Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение величины допускаемого расхождения результатов параллельных определений, указанных в методике анализа.

7.4.2 Для анализа берут не менее трех навесок.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов трех параллельных определений.

7.4.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют методом варьирования навесок или методом добавок с каждой новой партией концентрата, а также при замене реактивов, растворов, длительных перерывах в работе и других изменениях, влияющих на результат анализа, но не реже одного раза в месяц.

7.4.3.1 При использовании метода добавок масса добавки должна в 2—3 раза превышать значение нижнего предела определяемого компонента.

Определение массовой доли компонента в пробе с добавкой проводят из того же числа параллельных определений, что и при анализе проб. Найденную величину добавки находят как разность между найденными массовыми долями этого компонента в пробе с добавкой и пробе без добавки. Расхождение наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений компонента в пробе с добавкой не должно превышать значения $d_{сх}$, нормированного в методике анализа.

Результаты анализа проб считаются точными при выполнении неравенства

$$[(X \text{ с добавкой} - X \text{ без добавки}) - X \text{ добавки}] \le 0{,}35 \sqrt{d_{сх1} + d_{сх2}}, \quad (1)$$

где X с добавкой — массовая доля определяемого компонента в пробе с добавкой,%;

X без добавки — массовая доля определяемого компонента в пробе без добавки, %;

X добавки — массовая доля добавки, %;

0,35 — коэффициент контроля правильности при числе параллельных определений $n = 3$;

$d_{сх1}$ — допускаемое расхождение между результатами параллельных определений с добавкой;

$d_{сх2}$ — допускаемое расхождение между результатами параллельных определений без добавки.

7.4.3.2 При использовании метода варьирования навесок массу навески необходимо варьировать в пределах, отвечающих оптимальным условиям определения элемента данным методом.

В тех случаях, когда метод анализа предусматривает использование не всей навески, а только аликвотной части раствора, полученного после ее растворения, рекомендуется отбирать аликвотные части растворов при разных навесках такими, чтобы количество определяемого компонента во всех аликвотных частях было одинаковым.

7.4.3.3 Приемлемость результатов параллельных определений — в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 и сопоставлением абсолютного расхождения между наибольшим и наименьшим результатами единичного определения с пределом повторяемости r:

$$r = Q(P, n)\, S_r, \quad (2)$$

где $Q(P, n)$ — коэффициент, зависящий от числа n параллельных определений, полученных в условиях повторяемости и доверительной вероятности $P = 0{,}95$. Значения этого коэффициента приведены в таблице 2;

S_r — стандартное отклонение повторяемости;

Таблица 2 — Значения коэффициента $Q(P, n)$

n	2	3	4	5
$Q(P, n)$	2,77	3,31	3,63	3,86

Если абсолютное расхождение не превышает r, то результаты параллельных определений признают приемлемыми и за окончательный результат измерений (анализа) принимают среднеарифметическое значение этих результатов.

Если абсолютное расхождение превышает r, то используют методы проверки приемлемости результатов измерений (анализа) в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

При проверке повторяемости результатов параллельных определений (n = 3) абсолютное значение разности X_{max} и X_{min} не должно превышать значения предела повторяемости r, то есть с доверительной вероятностью P = 0,95 должно выполняться условие

$$|X_{max} - X_{min}| \le r, \quad (3)$$

где $r = 3{,}31\ S_r$.

При невыполнении условия (3) процедуру проверки совместимости результатов измерений (анализа) повторяют. При повторном невыполнении условия (3) выясняют и устраняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

Контроль повторяемости параллельных определений осуществляют при смене реактивов и замене аппаратуры, но не реже одного раза в месяц.

7.4.3.4 Проверка совместимости результатов измерений (анализа) в условиях воспроизводимости

При проверке результатов измерений (анализа) в условиях воспроизводимости разность результатов одной и той же пробы, полученная разными операторами в разное время в двух лабораториях, не должна превышать предел воспроизводимости

$$R = 2{,}77 S_R. \quad (4)$$

При невыполнении условия измерения прекращают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

7.5 Определение сурьмы, мышьяка, золота и серебра

Для выполнения анализа крупность пробы должна быть не более 0,074 мм.

Массовую долю сурьмы в пробе определяют из двух параллельных определений. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение характеристики погрешности методики, приведенной в таблице 2.

7.5.1 Объемный титриметрический метод позволяет устанавливать содержание сурьмы в диапазоне от 20 % до 70 %.

Методика предусматривает растворение навески пробы в серной кислоте, восстановление сурьмы (V) до сурьмы (III) и последующее титрование раствором калия бромноватокислого или калия марганцовокислого. В ходе титрования сурьма (III) окисляется до сурьмы (V).

Определению сурьмы мешает мышьяк, который определяют из отдельной навески; массовую долю мышьяка учитывают при расчете результатов анализа сурьмы.

Мышьяк по данной методике анализа титруется вместе с сурьмой. Для расчета точного содержания сурьмы при массовой доле мышьяка более 0,1 % он определяется из отдельной навески. Процентное его содержание, умноженное на коэффициент 1,62, вычитают из процентного содержания сурьмы.

7.5.1.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

1) Средства измерений

- Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,0002 г.

2) Вспомогательные устройства

- Плита электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

3) Материалы

- Колбы конические вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336;
- Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см^3 1–100–2, 1–1000–2 по ГОСТ 1770;
- Воронки стеклянные конические диаметром 10 см по ГОСТ 25336;
- Бюретки вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 29251;

Фильтры бумажные обеззоленные.

4) Реактивы

- Кислота серная по ГОСТ 4204;
- Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1;
- Кислота азотная по ГОСТ 4461;
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- Метиловый оранжевый (индикатор), водный раствор с массовой концентрацией 0,1%;
- Калий сернокислый кристаллический по ГОСТ 4145 или натрий сернокислый по ГОСТ 4166, или аммоний сернокислый по ГОСТ 3769;
- Сурьма марки Су000 по ГОСТ 1089;
- Калий бромноватокислый (бромат калия) по ГОСТ 4457, раствор с концентраций 0,1 моль/дм^3 (1н), приготовленный по ГОСТ 25794.1, ГОСТ 25794.2, ГОСТ 25794.3, 1 см^3 раствора соответствует 6,09 мг сурьмы;
- Калий марганцовокислый (перманганат калия) по ГОСТ 20490, раствор концентраций 0,1 моль/дм^3 (1н), приготовленный по ГОСТ 25794.2, 1 см^3 раствора соответствует 6,09 мг сурьмы.

7.5.1.2 Подготовка к выполнению анализа

Установка титра растворов бромата и перманганата калия.

Навеску металлической сурьмы от 0,1300 г до 0,1500 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 15 см^3 серной кислоты, закрывают крышкой и при сильном нагревании доводят сурьму до растворения. Охлаждают, прибавляют 20—30 см^3 воды, кипятят 2—3 мин, прибавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), 40—50 см^3 воды, 3—5 капель раствора метилового оранжевого и титруют раствором бромата или перманганата калия, добавляя его по каплям из бюретки при непрерывном перемешивании до исчезновения розовой окраски раствора.

Титр раствора бромата и перманганата калия, выраженный в граммах сурьмы на 1 см^3 раствора, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{M}{V}, \qquad (5)$$

где M — масса навески сурьмы, г;

V — объем раствора перманганата калия, израсходованный на титрование, см^3.

Допускается устанавливать титр раствора с использование стандартных образцов состава, аттестованных в соответствии с ГОСТ 8.315.

7.5.1.3 Выполнение измерений

Навеску пробы массой 0,25—0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 1—2 г сернокислого калия (натрия, аммония) и 25—40 см^3 серной кислоты. Колбу закрывают воронкой с укороченной трубкой и нагревают на горячей плите до полного обесцвечивания раствора и нерастворимого остатка (в течение 1,5—2 ч). В колбу, не снимая ее с плиты, опускают 2—3 см^2 фильтровальной бумаги и продолжают нагревание до обесцвечивания пробы. В колбу вновь опускают 1 см^2 фильтровальной бумаги и нагревают до обесцвечивания раствора.

Одновременно через все стадии подготовки проб к анализу проводят два контрольных («холостых») опыта на чистоту реактивов для внесения поправки в результат анализа.

Титрование броматом калия

Колбу с пробой охлаждают и приливают осторожно 30 см^3 воды небольшими порциями. После каждой порции воды раствор осторожно и тщательно перемешивают, кипятят 2—3 мин для удаления сернистого ангидрида. В колбу добавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), 60—70 см^3 воды, нагревают до температуры 60—70 °С, прибавляют 2—3 капли раствора метилового оранжевого и сразу же титруют раствором бромата калия из бюретки при непрерывном перемешивании до исчезновения розовой окраски раствора. Если окраска ослабевает, то прибавляют 2 капли индикатора.

Титрование перманганатом калия

Колбу с пробой охлаждают и приливают осторожно 30 см^3 воды небольшими порциями. После каждой порции воды раствор осторожно и тщательно перемешивают, кипятят 2—3 мин для удаления сернистого ангидрида. К охлажденному раствору добавляют 20 см^3 раствора соляной кислоты (1:1), 60—70 см^3 воды, 2—3 капли раствора метилового оранжевого и сразу же титруют раствором перманганата калия с концентрацией 0,10 моль/дм^3 из бюретки при непрерывном перемешивании до исчезновения розовой окраски раствора. Если окраска ослабевает, то прибавляют 2 капли индикатора.

Если в пробе присутствует мышьяк, его содержание определяют из отдельной навески. Из рассчитанной массовой доли сурьмы (%) вычитают массовую долю мышьяка (%), умноженную на коэффициент 1,62.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости r, то есть выполняется условие

$$|X_1 - X_2| \le r. \quad (6)$$

При превышении предела повторяемости выясняют причины, приводящие к появлению неудовлетворительных результатов анализа, и устраняют их.

Приписанные характеристики погрешности методики анализа и ее составляющих

Методика анализа обеспечивает получение результатов анализа (массовой доли сурьмы) в концентратах с погрешностью, соответствующей значениям, приведенным в таблице 3.

Таблица 3 — Массовая доля, %, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности $P = 0,95$

Массовая доля,%	Показатель точности (границы, абсолютной погрешности методики), ± Δ %	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), r ,%	Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), R, %
От 20,0 до 30,0	0,6	0,5	0,8
От 40,0 до 50,0	0,7	0,6	0,9
От 50,0 до 70,0	0,8	0,7	1,0

Проверка приемлемости результатов анализа, получаемых в условиях воспроизводимости

При проверке приемлемости результатов анализа, полученных в условиях между результатами анализа одной и той же пробы, X_1 и X_2, полученными в двух лабораториях в точном соответствии с НД на методику анализа, с пределом воспроизводимости R

$$X_1 - X_2 < R. \quad (7)$$

Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 3.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и за окончательный результат анализа принимают их общее среднее значение.

При превышении предела воспроизводимости выясняют причины, приводящие к появлению неудовлетворительных результатов анализа, и устраняют их.

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории

Контроль точности результатов анализа проводят с использованием контрольной процедуры для контроля погрешности с применением стандартных образцов состава, отвечающим требованиям ГОСТ 8.315.

При реализации контрольной процедуры получают результат контрольного определения содержания сурьмы в образце для контроля $X_{ср}$ (результат анализа — среднее арифметическое из результатов параллельных определений, удовлетворяющих требованиям контроля повторяемости) и сравнивают его с аттестованным значением $C_{ат}$.

Результат контрольной процедуры $K_к$ соответствует условию

$$|C_{ат} - X_{ср}| = K_к < K. \quad (8)$$

Норматив контроля K должен соответствовать условию

$$K = \Delta_Д , \quad (9)$$

где $\Delta_Д$ — характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению ОК.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию, процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (6) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и принимают меры по их устранению.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов устанавливают в Руководстве по качеству лаборатории.

7.5.1.4 Оформление результатов измерения

Результат анализа оформляют протоколом по принятой на предприятии форме.

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$(X \pm \Delta)\ \%\ \text{(массовая доля)}.\ P = 0{,}95,$$

где X — результат определения массовой доли сурьмы (среднее арифметическое результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости r. Значения r приведены в таблице 3);

Δ — значение показателя точности (погрешности), приведенное в таблице 3.

Массовую долю сурьмы общей (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T \cdot 100}{m}, \qquad (10)$$

где V_1 — объем раствора перманганата или бромата калия, израсходованного на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_2 — объем раствора перманганата или бромата калия, израсходованного на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

T — титр раствора перманганата или бромата калия с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3, выраженный в граммах сурьмы;

m — масса навески сурьмяного концентрата, г.

7.5.2 Определение содержания мышьяка

Настоящая методика предназначена для определения мышьяка фотометрическим методом при массовой доле более 0,005 %.

Метод основан на переведении мышьяка в раствор восстановлением его гипофосфитом натрия (кальция) до элементного состояния и измерении его концентрации на спектрофотометре или фотоколориметре.

7.5.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

1) Средства измерений

- Спектрофотометр типа СФ-26, СФ-46, СФ-48, или фотоэлектроколориметр типа КФК-2, КФО -1, КФК-3, или аналогичный прибор другого типа с набором кювет;
- Термометр ртутный стеклянный лабораторный;
- Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с погрешностью взвешивания ± 0,0002 г.

2) Вспомогательные устройства

- Электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919;
- Вытяжной шкаф любого типа.

3) Материалы

- Колбы мерные вместимостью 25, 50, 100, 1000 см^3 по ГОСТ 1770,
- Колбы, стаканы стеклянные термостойкие по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см^3, пробирки, воронки стеклянные;
- Пипетки вместимостью 1, 5, 10 см^3, микробюретка по ГОСТ 29228;
- Колбы конические вместимостью 100 и 250 см^3 по ГОСТ 25336;
- Стаканы стеклянные вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770.

4) Реактивы

Реактивы и особо чистые вещества по ГОСТ 3885.

Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа по ГОСТ 4212

- Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор азотной кислоты (1:1), (1:4);
- Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор соляной кислоты (1:1), (1:2), раствор с молярной концентрацией 1 моль/дм^3;
- Кислота серная по ГОСТ 4204;
- Олово двухлористое, раствор с массовой долей 20 % в соляной кислоте (1:1);
- Медь двухлористая по ГОСТ 4167, раствор с массовой долей 1% в соляной кислоте (1:1);
- Железо хлорид по ГОСТ 4147, раствор концентрацией 100 г/дм^3 в соляной кислоте (1:1);
- Натрий фосфорноватистокислый (натрия гипофосфит) по ГОСТ 200, раствор с массовой долей 30% в дистиллированной воде;
- Кальций фосфорноватистокислый (кальция гипофосфит), раствор с массовой долей 30 % в соляной кислоте (1:1);
- Водорода перекись по ГОСТ 10929, водный раствор с массовой долей 30 %;
- Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 55878;
- Фенолфталеин (индикатор), раствор концентрацией 1 г/дм^3 в этиловом спирте;
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- Ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973;
- Калия гидрат окиси (кали едкое) по ГОСТ 9285, раствор с молярной концентрацией 1 моль/дм^3 готовят следующим образом:

56,1 г гидрата окиси калия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Стандартный раствор мышьяка готовят следующим образом:

0,132 г мышьяковистого ангидрида помещают в стакан вместимостью 100 см^3, растворяют в 5 см^3 раствора едкого кали, раствор разбавляют в 10—15 см^3 дистиллированной воды и нейтрализуют 5,5 см^3 соляной кислоты раствора с молярной концентрацией 1 моль/дм^3. Затем слабый раствор мышьяка переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см^3 полученного раствора содержит 0,1 мг мышьяка.

7.5.2.2 Выполнение измерений

Навеску сурьмяного концентрата массой 0,1 г помещают в химические колбы или стаканы вместимостью 100 см^3, заливают 10—20 см^3 концентрированной соляной кислоты, добавляют 34 см^3 раствора перекиси водорода и оставляют стоять до прекращения бурной реакции. Затем осторожно содержимое колб нагревают на электроплите в течение 10—15 мин, не допуская кипения.

Затем колбы или стаканы снимают с плиты, охлаждают до 18—20 °С и фильтруют в мерные колбы через простой бумажный фильтр, предварительно смоченный соляной кислотой (2:1).

После завершения процесса фильтрации фильтры на воронках промывают 10—20 см^3 разбавленной (2:1) соляной кислоты, снимают с воронок и выбрасывают, а через воронки в мерные колбы добавляют последовательно 4 см^3 раствора хлорной меди, используемого в качестве катализатора, 1 см^3 раствора хлорида олова и 7 см^3 раствора гипофосфата натрия, перемешивая содержимое в колбе после введения каждого раствора.

В колбы приливают соляную кислоту (2:1) до объема 85—90 см^3, погружая их в кипящую водяную баню, и выдерживают в течение 10—15 мин.

Затем растворы охлаждают до 18—20 °С, доводят до метки соляной кислотой (2:1), перемешивают содержимое и замеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре КФК-2 при λ = 413 нм, чувствительности 2 со светофильтром 400 в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отмеряют микробюреткой от 1,0 до 6,5 см^3 стандартного раствора мышьяка.

Затем в колбы прибавляют 4 см^3 раствора хлорной меди, 1 см^3 раствора хлорида олова, 7 см^3 раствора гипофосфита натрия, перемешивая содержимое в колбах после введения каждого раствора.

После этого в колбы приливают соляную кислоту (2:1) до объема 85—90 см^3.

Колбы погружают в кипящую водяную баню, выдерживают в течение 10—15 мин, охлаждают до 18—20 °С, доводят растворы до метки соляной кислотой (2:1), перемешивают и измеряют оптическую плотность, как указано выше.

При построении градуировочного графика можно использовать стандартные образцы предприятия (СОП), концентрация мышьяка в которых установлена с точностью, регламентируемой соответствующей НТД.

В этом случае, если измеряемая оптическая плотность лежит на прямой линейной части градуировочного графика, можно использовать расчетный метод вычисления результатов анализа, так называемый метод ограничивающих проб.

7.5.2.3 Вычисление результатов измерений

Массовую долю мышьяка (X) в сурьмяных концентратах, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V}{m \cdot 10^3}, \quad (11)$$

где C — концентрация мышьяка в растворе, определенная по градуировочному графику, мг/см^3;

V — объем мерной колбы, используемой для приготовления растворов к колориметрированию, см^3;

m — навеска концентрата, отобранная на анализ, г.

Расхождения между наибольшими и наименьшими результатами параллельных определений и двумя результатами анализа при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_{сх}$) и воспроизводимости ($d_{вс}$), приведенных в таблице 4.

Таблица 4 — Допускаемые расхождения сходимости и воспроизводимости

Массовая доля мышьяка, %	Допускаемые расхождения, абс. %	
	сходимости ($d_{сх}$)	воспроизводимости ($d_{вс}$)
От 0,20 до 0,40 включ.	0,03	0,04
Св. 0,40 до 0,65 включ.	0,04	0,04

7.5.3 Метод атомно-эмиссионного спектрального анализа с возбуждением спектра индуктивно связанной плазмой для определения содержания сурьмы и мышьяка в сурьмяных концентратах

Метод основан на возбуждении спектра индуктивно связанной плазмой и измерении интенсивности излучений аналитических спектральных линий определяемых элементов фотоэлектрическим методом. Пробу предварительно растворяют в соляной кислоте и азотной кислоте. Связь интенсивностей спектральных линий с концентрацией определяемых элементов в растворе устанавливают с помощью градуировочных графиков.

Градуировочную характеристику получают с использованием градуировочных образцов. В качестве градуировочных образцов могут быть применены стандартные образцы или аттестованные смеси.

Градуировочный график строят в системе прямоугольных координат: по оси абсцисс откладывают числовые значения массовой концентрации, а по оси ординат — значения аналитического сигнала.

Для построения градуировочного графика требуется не менее пяти градуировочных образцов, охватывающих весь диапазон определяемых массовых долей элементов. Для каждого из них вычисляют значение аналитического сигнала как среднеарифметическое трех результатов параллельных определений.

Приемлемость результатов параллельных определений проверяют в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 и по 7.4.3.3 и 7.4.3.4.

7.5.3.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы и растворы

1) Средства измерений

- Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой любого типа;
- Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 с погрешностью взвешивания ± 0,0002 г.

2) Вспомогательные устройства

- Электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919;
- Вытяжной шкаф любого типа.

3) Материалы

- Колбы мерные вместимостью 25, 50, 100 и 250 см^3 по ГОСТ 1770;
- Колбы конические вместимостью 100 и 250 см^3 по ГОСТ 25336;
- Стаканы стеклянные вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770;
- Пипетки градуированные 1, 2, 5, 10 и 25 см^3 по ГОСТ 29228;

- Пипетка безопасная 2 см^3 по ГОСТ 29228;
- Цилиндры вместимостью 5,10, 20 см^3 по ГОСТ 1770;
- Ступка и пестик агатовые.

4) Реактивы

- Реактивы и особо чистые вещества по ГОСТ 3885,
- Газообразный аргон по ГОСТ 10157;
- Цинк по ГОСТ 3640;
- Медь по ГОСТ 859;
- Свинец по ГОСТ 3778;
- Аммоний фтористый по ГОСТ 4518;
- Мышьяк металлический;
- Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610;
- Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор азотной кислоты (1:1), (1:4);
- Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор соляной кислоты (1:1);
- Смесь соляной и азотной кислот (3:1), (4:1) царская водка;
- Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор серной кислоты (1:1);
- Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

Все реактивы, применяемые для приготовления основных растворов и растворов сравнения, должны иметь квалификацию х.ч. или о.с.ч.

7.5.3.2 Подготовка к выполнению анализа

Приготовление стандартных растворов и растворов сравнения.

Приготовление вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе по ГОСТ 4517.

Стандартный раствор сурьмы

Раствор, содержащий 1000 мг сурьмы в 1 дм^3, готовят следующим образом:

Навеску сурьмы металлической, растертой предварительно в ступке в порошок, массой 0,100 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют в 20 см^3 царской водки при нагревании. Раствор упаривают до объема 1—2 см^3. После охлаждения приливают 15 см^3 соляной кислоты, нагревают, затем снова охлаждают, приливают дистиллированную воду и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор устойчив в течение полугода.

Раствор сравнения сурьмы

Раствор сравнения сурьмы готовят следующим образом: отмеренные объемы стандартных растворов помещают в мерные колбы вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 соляной кислоты и доводят дистиллированной водой до метки. Растворы хранят в течение месяца.

Стандартный раствор мышьяка

Раствор, содержащий 1000 мг мышьяка в 1 дм^3, готовят следующим образом:

Навеску металлического мышьяка массой 0,250 г, растертую предварительно в ступке, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют в 25—30 см^3 царской водки при нагревании. Раствор упаривают до 1—2 см^3. После охлаждения раствора приливают 30 см^3 соляной кислоты, раствор нагревают до кипячения, но не кипятят, сразу снимают и охлаждают, приливают дистиллированную воду и переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор устройчив в течение года.

Раствор сравнения мышьяка

Раствор сравнения мышьяка готовят следующим образом:

Отмеренные объемы стандартных растворов помещают в мерные колбы вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 соляной кислоты и доводят дистиллированной водой до метки. Раствор хранят в течение месяца.

7.5.3.3 Выполнение измерений

Навеску пробы концентрата массой 0,25 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты и 10 см^3 азотной кислоты, добавляют несколько капель брома. Ставят в теплое место на 30 мин, затем приливают 20 см^3 соляной кислоты и добавляют 1,5 г фторида аммония. Разложение ведут при нагревании. После разложения раствор упаривают до объема 2—3 см^3, снимают с плиты, охлаждают и приливают 30 см^3 соляной кислоты. Ставят на плиту, нагревают до полного растворения остатка. Снимают раствор, охлаждают, приливают дистиллированную воду и снова нагревают до кипения. Раствор снимают с плиты, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят раствор дистиллированной водой до метки и перемешивают. Из этого раствора определяют мышьяк (еще возможно из него определение железа, меди, цинка и свинца).

Для определения сурьмы полученный раствор разбавляют в 10 раз. Мерной пипеткой отбирают 10 см^3 и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор готов для определения сурьмы.

Для определения мышьяка навеску концентрата массой 0,500 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 10—15 см^3 смеси кислот азотной и соляной (1:1) и добавляют несколько капель брома для окисления серы, ставят в теплое место на 30 мин. Затем приливают 20 см^3 соляной кислоты и 0,1 г фторида аммония и разлагают при нагревании. Упаривают до объема 1—2 см^3. Колбу снимают, охлаждают и приливают 10 см^3 соляной кислоты, затем раствор вновь нагревают, снимают, охлаждают, приливают дистиллированную воду, доводят до кипения. Снимают с плиты, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор готов для анализа.

Порядок пропускания растворов

Сначала пропускают растворы сравнения, затем серию анализируемых растворов, по три измерения каждого. Строят градуировочный график зависимости интенсивности от концентрации и определяют содержание сурьмы и мышьяка. Для каждой пробы делают три параллельных измерения.

7.5.3.4 Проведение анализа

Подготовку спектрометра к выполнению анализов проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации и обслуживанию спектрометра. Режимы работы прибора устанавливают в соответствии с рекомендациями фирмы — изготовителя прибора. Для конкретного прибора оптимальные параметры спектрометра и расход аргона устанавливают экспериментально в пределах, обеспечивающих максимальную чувствительность определения массовых долей элементов.

Рекомендуемые аналитические линии приведены в таблице 5.

Таблица 5 — Массовые доли элементов и длины волн аналитических линий элементов

Определяемый элемент	Диапазон массовых долей элементов, %	Длина волны, нм
Сурьма	От 0,1 до 70,0	206,8
Мышьяк	От 0,01 до 1,0	193,7

Допускается использование других аналитических линий при условии получения метрологических характеристик, отвечающих требованиям настоящего стандарта.

Калибровку спектрометра проводят при установке прибора, при замене реактивов, после ремонта аппаратуры, после длительных перерывов в работе и других изменений, влияющих на результаты анализа. Рекалибровку (корректировку градуировочного графика) спектрометра проводят перед каждым началом измерений подготовленных проб.

7.5.3.5 Обработка результатов измерений

Массовую долю определяемого элемента X в пробе, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 1000}, \qquad (12)$$

где C — концентрация определяемого компонента в растворе пробы, мг/дм^3;

V — объем раствора пробы, см^3,

m — масса навески пробы, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех результатов параллельных определений, если расхождение между ними не превышает значения предела повторяемости r, то есть с доверительной вероятностью $P = 0,95$.

Контроль повторяемости параллельных определений осуществляется при смене реактивов и замене аппаратуры, но не реже одного раза в месяц.

В пределах интервала определяемых массовых долей элементов было оценено значение стандартного отклонения повторяемости результатов параллельных определений в условиях повторяемости S_r при $n = 2$, $P = 0,95$ или $n = 3$; $P = 0,95$.

Для оценки стандартного отклонения повторяемости результатов параллельных определений в условиях повторяемости используют формулу

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_1^n (C_r - \overline{C})^2}{n}}. \quad (13)$$

Принимая приближенно $S_r \approx \delta_r$, вычисляют предел повторяемости в условиях повторяемости как $r = 2{,}77 \cdot S_r$.

Приемлемость результатов параллельных определений оценивалась в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 путем сопоставления абсолютного значения разности результатов двух параллельных определений, X_{max} и X_{min}, с пределом повторяемости r.

Был найден предел повторяемости r в условиях повторяемости при $n = 2$; $P = 0{,}95$.

Если это расхождение не превышает r, результаты двух параллельных определений признаются приемлемыми и за окончательный результат анализа может быть принято среднее арифметическое значение этих результатов.

Если это расхождение превышает r, проводят еще два параллельных определения. Если при этом диапазон результатов четырех параллельных определений $[X_{max} - X_{min}]$ не превышает диапазон для $n = 4$ $CR_{0,95}$, то в качестве результата анализа принимают среднее арифметическое значение результатов четырех параллельных определений.

Если диапазон результатов четырех параллельных определений превышает $CR_{0,95}$ (4), выполнение анализа прекращают до выяснения и устранения причин несоответствия.

Критический диапазон должен соответствовать условию

$$CR_{0.95}(4): CR_{0,95}(4) = f(4) \quad S_r, \quad (14)$$

где $f(4)$ — коэффициент критического диапазона для четырех параллельных определений, $f(4) = 3{,}64$.

Показатели сходимости и воспроизводимости приведены в таблице 6. Показатели точности, повторяемости и воспроизводимости определения сурьмы методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой приведены в таблице 6.

Таблица 6 — Массовая доля, %, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности $P = 0{,}95$

Массовая доля S_b,%	Показатель точности (границы абсолютной погрешности методики), ± Δ, %	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), r, %	Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), R, %
70,0—50,0	2,0	2,8	3,9
50,0—40,0	2,0	2,3	2,3
40,0—30,0	2,0	2,4	2,7
30,0—20,0	1,0	2,3	2,8

7.5.4 Методы определения золота

Золото в сурьмяных концентратах определяют пробирным, пробирно-атомно-абсорбционным и атомно-абсорбционным методами. Диапазон определяемых содержаний от 0,02 до 100 г/т.

Приписанные характеристики погрешности результатов измерения золота приведены в таблице 7.

Таблица 7 — Границы суммарной погрешности определения золота, $P = 0,95$

Диапазон измерений определяемых элементов, массовая доля, %	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), σ_r, массовая доля, %	Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, массовая доля, %	Показатель точности (границы погрешности при вероятности $P = 0,95$), $\pm \Delta$, массовая доля, %
Св.0,000002 до 0,00005 включ.	0,15С	0,30С	0,59С
Св.0,00005 до 0,0002 включ.	0,14С	0,27С	0,53С
Св.0,0002 до 0,0005 включ.	0,090С	0,18С	0,35С
Св.0,0005 до 0,001 включ.	0,060С	0,12С	0,24С
Св.0,001 до 0,002 включ.	0,041С	0,082С	0,16С
Св.0,002 до 0,005 включ.	0,027С	0,054С	0,11С
Св.0,005 до 0,01 включ.	0,016С	0,032С	0,063С

7.5.4.1 Метод пробирного определения золота

Метод пробирного анализа или пробирно-атомно-абсорбционного анализа используется для анализа золота в сурьмяных концентратах.

Метод пробирного концентрирования основан на способности золота растворяться при температуре (1000—1200) °С в расплавленном свинце. При пробирной плавке происходит полное вскрытие материала и одновременное извлечение золота в свинцовый сплав. Пробирное концентрирование включает процессы: тигельную плавку, шерберование и купелирование.

Тигельная плавка основана на физико-химических процессах, происходящих при плавлении анализируемого вещества пробы с шихтой, в состав которой входят коллекторообразователь (оксид свинца), флюсы (кислые и основные), восстановитель (крахмал или мука и т. д.). В процессе плавки оксид свинца восстанавливается до металла. Расплавленный свинец поглощает частицы золота, матрица пробы отшлаковывается.

Шихту подбирают такого состава, чтобы получился легкоплавкий шлак с малой вязкостью, который не препятствовал бы свинцовому сплаву собраться на дне тигля. Режим тигельной плавки, а также состав шихты зависят от характера анализируемого материала. Сурьмяные концентраты относятся по пробирной классификации к «рудам» четвертого класса. Сурьма во время пробирного концентрирования легко сплавляется со свинцом, образуя шпейзу, сплав сурьмы и свинца, наличие которого может приводить к потерям золота во время купелирования. Чтобы избежать этого, пробы сурьмяного концентрата плавят с добавлением селитры, окисляя сурьму во время плавки, либо подвергают окислительно-восстановительному обжигу с углем на стадии пробоподготовки.

В качестве дополнительного коллектора используют серебро, которое добавляют помимо флюса в шихту в виде металлического или хлорида (нитрат серебра) из расчета 5—20 мг на одну навеску пробы.

В ходе тигельной плавки должны образовываться два продукта: свинцовый сплав и шлак. Масса свинцового концентрата (веркблея), получаемого в ходе тигельной плавки, может быть сокращена путем купелирования. При отделении благородных металлов от свинца свинцовый сплав купелируют на капелях при температуре 870—950 °С. При этом свинец взаимодействует с кислородом воздуха и переходит в оксид (глет). Расплавленный глет окисляет все металлы до оксидов, кроме благородных, растворяет их и впитывается вместе с ними в пористый материал капели. Часть свинца при этом испаряется. В результате получают серебряный королек.

7.5.4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы и растворы

1) Средства измерений

- Весы электронные лабораторные с дискретностью 1 мкг I (специального) класса точности по ГОСТ Р 53228;
- Весы аналитические лабораторные с дискретностью 0,1 мг I (специального) класса точности по ГОСТ Р 53228;
- Весы электронные лабораторные с дискретностью 1 мг IV (обычного) класса точности по ГОСТ Р 53228;

- Атомно-абсорбционный спектрофотометр с пламенной атомизацией, укомплектованный спектральными лампами полого катода, излучающими спектр золота;
- Пипетки градуированные 1(2)–1(2)–2–1(2, 5, 10) по ГОСТ 29227;
- Пипетки с одной отметкой 2–2–5(10, 20) по ГОСТ 29169;
- Мензурки 10 (50, 100, 500) по ГОСТ 1770;
- Колбы мерные 1(2)–25 (50, 100, 200; 250; 500)–2 по ГОСТ 1770;
- Пробирки П–1–10–0,1 ХС по ГОСТ 1770.

2) Испытательное и вспомогательное оборудование, посуда

- Миксер (для приготовления шихты);
- Электропечь плавильная, обеспечивающая температуру нагрева 1100 °С;
- Электропечь для купеляции, обеспечивающая температуру нагрева 1000 °С;
- Муфельная электропечь, обеспечивающая температуру нагрева 800 °С;
- Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919;
- Тигли шамотные вместимостью 400, 500, 750 $см^3$;
- Тигли фарфоровые низкие № 2(3, 5, 6) по ГОСТ 9147;
- Капели магнезитовые или магнезито-цементные;
- Наковальня стальная для отбивания шлака;
- Наковальня стальная для ковки королька;
- Изложницы металлические конусные вместимостью 50—200 $см^3$;
- Молоток для ковки веркблея;
- Молоток для ковки королька;
- Щипцы пробирные разные;
- Щипцы для капелей;
- Шербера шамотные;
- Часы электронные;
- Стаканы В–1–50 (100, 250, 400) ТХС по ГОСТ 25336.

3) Стандартные образцы состава

Стандартные образцы состава (МСО, ГСО, ОСО, СОП, ЭМ) или аттестованные смеси (АС) с содержанием золота с установленной погрешностью. МСО, ГСО, ОСО, АС должны быть близкими по составу и содержанию золота в анализируемых пробах.

4) Реактивы и материалы

- Азотная кислота х.ч. по ГОСТ 4461, о.с.ч. по ГОСТ 11125;
- Соляная кислота х.ч. по ГОСТ 3118;
- Калий азотнокислый (селитра) по ГОСТ 4217;
- Натрий тетраборнокислый (бура) технический марки «Б» по ГОСТ 4199;
- Сода кальцинированная (натрий углекислый) техническая марки «Б» по ГОСТ 5100;
- Оксид свинца (глет) технический по ГОСТ 5539;
- Свинец металлический марки С0 по ГОСТ 3778;
- Крахмал растворимый по ГОСТ 10163;
- Золото аффинированное в гранулах;
- Серебро азотнокислое х.ч. по ГОСТ 1277;
- Стекло измельченное ($xNa_2O.yCaO.zSiO_2$) или кварц по ГОСТ 9077;
- Мука;
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- Газ ацетилен в баллонах по ГОСТ 5457, снабженных редуктором и очистным фильтром.

Допускается использование других типов средств измерений, стандартных образцов, посуды, испытательного и вспомогательного оборудования, с характеристиками не хуже, чем приведенные в 7.5.4.2.

Примечания

1 Допускается в качестве восстановителя вместо муки (мука пшеничная, ржаная) использовать крахмал картофельный по ГОСТ Р 53876 или крахмал растворимый по ГОСТ 10163 в том же количестве.

2 Серебро азотнокислое можно заменить на серебро металлическое или серебро хлористое.

7.5.4.3 Выполнение пробирного концентрирования

Гравиметрическое определение золота

Для пробирного концентрирования сурьмяного концентрата предложено два варианта тигельной плавки: плавка с добавлением селитры и плавка с предварительным окислительно-восстановительным обжигом с углем. Состав шихты представлен в таблице 8.

Таблица 8 — Состав флюса для тигельной плавки

Номер флюса	Состав, г			
	глет	сода	бура	кварцевый песок
1	50	70	30	30
2	100	60	30	15
Примечание — Шихта 1 предназначена для проб, предварительно обожженных с углем; шихта 2 — для плавки с добавлением селитры.				

Масса навески определяется наличием крупного золота, для штуфных концентратов надежной пробой является навеска массой не менее 25 г. Пробу концентрата квартуют, отбирают навеску от средней пробы, помещают в полиэтиленовый пакет, в котором тщательно перемешивают с шихтой или предварительно проводят окислительно-восстановительный обжиг.

Расход селитры зависит от содержания сурьмы в пробе (см. таблицу 9).

Таблица 9 — Количество селитры в зависимости от содержания сурьмы в концентрате

Массовая доля сурьмы, %	Расход селитры, г	Массовая доля сурьмы, %	Расход селитры, г
70	35	45	20
65	31	40	16
60	27	35	12
55	23	30	10

Окислительно-восстановительный обжиг

Навеску пробы помещают в фарфоровый тигель № 6, добавляют равное по объему количество древесного угля и перемешивают. Затем пробу ставят в муфельную печь при комнатной температуре, постепенно повышают температуру до 700 °С, при этом несколько раз пробу перемешивают. Показателем полноты процесса служит прекращение горения угля. При необходимости процедуру повторяют.

После обжига обожженную и растертую навеску помещают в полиэтиленовый пакет, добавляют флюс № 1. Затем содержимое пакета помещают в бумажный кулек и отдают на тигельную плавку. Далее процесс пробирного концентрирования идет как для «руды» первого класса.

Тигельная плавка

Бумажный кулек с зашихтованной пробой помещают в предварительно нагретый в тигельной печи шамотный тигель, ставят в печь при температуре (1000—1100) °С, плавят в течение 50—80 мин. Затем содержимое тигля выливают в изложницу и охлаждают. С целью предохранения от выброса шлака при остывании изложницу закрывают металлической крышкой. После охлаждения опрокидывают изложницу, извлекают содержимое и легкими ударами молотка тщательно отделяют свинцовый веркблей от шлака. Шлак при необходимости сохраняют. Полученный веркблей должен быть светлым, ковким и иметь массу 25—35 г. Если свинцовый сплав не отвечает этим требованиям и/или имеет массу больше 35 г, его шерберуют. При плавке с добавлением селитры время плавки не более 30—35 мин при температуре 1000—1100 °С. Плавку с селитрой выполняют в больших тиглях (объем 750 $см^3$). При плавке следят, чтобы расплав не переливался через край тигля. При бурном кипении и вспучивании расплава крышку печи открывают. По окончании плавления расплав выливают в изложницу, отбивают веркблей. Веркблей очищают щеткой от остатков шлака и взвешивают.

Шерберование

Веркблей кладут щипцами на шамотный шербер, предварительно нагретый до температуры (950—1050) °С, и выдерживают в муфельной печи 30—40 мин до того момента, пока глазок расплавленного свинца не станет в диаметре ~ 1 см или не закроется совсем.

Содержимое шербера выливают в маленькую изложницу, охлаждают, легким ударом молотка отделяют шлак и присоединяют к шлаку тигельной плавки. Если веркблей плохо очистился, шерберование проводят повторно. При необходимости добавляют металлический свинец, буру, селитру и снова шерберуют для очистки веркблея от примесей неблагородных металлов.

Шлаки от всех повторных шерберований собирают и присоединяют к шлаку тигельной плавки. В результате шерберной плавки свинцовый коллектор сокращается до массы 15—20 г.

Купелирование

В предварительно разогретый до 800 °С муфель помещают капели и прогревают их для удаления влаги и органических веществ в течение 20—30 мин. Когда температура капелей достигнет температуры муфеля, на них осторожно кладут свинцовый сплав (веркблей) и дверцы муфеля закрывают.

Расплавившийся свинец сначала покрывается черной пленкой (окислы), которая через несколько минут исчезает и обнажает дымящуюся поверхность жидкого свинца. Это первый период купелирования или «обнажение свинца», после которого начинается быстрое окисление свинца или собственно купелирование. После «обнажения свинца» дверцы печи открывают для ускорения его окисления. Температуру печи понижают с целью уменьшения потерь благородных металлов. К концу процесса купелирования температура должна быть повышена до 900 °С.

Полученный после купелирования королек снимают с капели пинцетом с помощью скальпеля, очищают от приставших частиц капельной массы и расковывают на наковальне в диск и помещают в фарфоровый тигель № 3 (для гравиметрического определения золота) или помещают в стеклянный стакан для растворения и последующего атомно-абсорбционного определения.

7.5.4.4 Выполнение измерений

Гравиметрическое определение золота

Королек в фарфоровом тигле заливают доверху раствором азотной кислоты плотностью 1,06 г/см^3 при температуре 70—100 °С. Тигли ставят на умеренно теплую плиту. Кислота при этом не должна кипеть. Растворение ведут в течение 10—15 мин. Затем раствор осторожно сливают. В тигель снова наливают раствор азотной кислоты плотностью 1,20 г/см^3 и растворяют в течение 10—15 мин до прекращения реакции. Раствор кислоты осторожно сливают, золотую корточку — остаток после растворения королька азотной кислотой — промывают не менее трех раз горячей дистиллированной водой, каждый раз наливая полный тигель. Влажные тигли просушивают на плите, затем прокаливают в муфеле при температуре 600 °С.

Золотые корточки должны быть желтого цвета, без черных пятен, обусловленных плохой отмывкой азотнокислого серебра. После охлаждения золото взвешивают на микроаналитических весах.

Раствор $А_{Au}$, содержащий 1,000 мг/см^3 золота

Навеску металлического золота массой 0,100 г, взятую с точностью до 0,0001 г, растворяют при нагревании в 20 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1), после полного растворения золота раствор выпаривают до объема (8—10) см^3, выщелачивают соляной кислотой (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки соляной кислотой (1:1).

Концентрацию раствора $А_{Au}$ рассчитывают по формуле

$$C_{Au} = \text{масса навески, мг/100 см}^3. \quad (15)$$

Раствор хранят в темноте при температуре (5—10) °С. Устойчив в течение 1 года.

Раствор $Б_{Au}$, содержащий 100 мкг/см^3 золота

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают рассчитанную аликвоту раствора $А_{Au}$ и доводят до метки соляной кислотой (1:1).

Объем аликвотной части раствора $А_{Au}$ рассчитывается по формуле

$$V_{Au} = 100 \cdot 100 / C_{Au} \cdot 1000. \quad (16)$$

Раствор хранят в темноте при температуре (5—10) °С. Устойчив в течение шести месяцев. Допустимо приготовление раствора из ГСО состава хлоридного раствора ионов золота.

Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы, содержащие 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 мкг/см^3 золота, готовят следующим образом: аликвотную часть раствора $Б_{Au}$ (в соответствии с таблицей 10) переносят в мерную колбу и доводят до метки соляной кислотой (1:9). Растворы хранятся в темноте при температуре (5—10) °С в течение двух недель.

Таблица 10 — Приготовление градуировочных растворов золота

Массовая концентрация ионов золота в полученном градуировочном растворе, мкг/см^3	Объем аликвотной части раствора $Б_{Ац}$, см^3	Объем мерной колбы, см^3
0,5	0,25	50
1,0	0,5	50
2,0	1,0	50
3,0	1,5	50
5,0	2,5	50

Растворение серебряного королька

Серебряный королек, полученный в результате пробирной плавки, помещают в стакан вместимостью 50 см^3, добавляют ~ 10 см^3 азотной кислоты (1:5), нагревают до растворения корольков (прекращения реакции растворения). Раствор в стакане упаривают до ~ 5 см^3, приливают к остатку 5 см^3 концентрированной соляной кислоты, растворяют золото при нагревании, не допуская бурного кипения и выпаривания, до полного перехода золота в раствор. Затем раствор выпаривают до влажных солей.

В стакан приливают небольшое количество (3 см^3 или больше в зависимости от конечного объема) соляной кислоты (1: 9) и нагревают под крышкой на плитке до начала кипения. Переводят раствор вместе с осадком разбавленной соляной кислотой (1:9) в мерную колбу или пробирку (минимальный объем 5 см^3). Осадок хлорида серебра определению золота не мешает.

Измерение содержания золота атомно-абсорбционным методом

Подготовка атомно-абсорбционного спектрометра: устанавливают параметры (см. таблицу 11), необходимые для измерения атомного поглощения определяемых элементов.

Таблица 11 — Параметры измерения атомного поглощения

Определяемый элемент	Аналитическая линия, нм	Соотношение ацетилен—воздух (в относительных единицах шкалы ротаметра)	Растворы сравнения* для настройки, мкг/см^3
Золото	242,8	15:25	1
* В качестве растворов сравнения используются градуировочные растворы.			

Контроль стабильности градуировочных характеристик

Контроль стабильности градуировочных характеристик проводят одновременно с измерением анализируемых растворов. Средствами контроля являются растворы для градуировки.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого раствора градуировки следующего условия:

$$|C - C_0| \le 0{,}3\,\Delta, \qquad (17)$$

где C — результат контрольного измерения массовой концентрации элемента в растворе для градуировки, мкг/см^3;

C_0 — аттестованное значение массовой концентрации элемента в растворе для градуировки, мкг/см^3;

Δ — значение характеристики погрешности, соответствующее массовой концентрации элемента в растворе для градуировки. Значения Δ приведены в таблице 7.

Если условие стабильности градуировочных характеристик не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо приготовить и выполнить повторное его измерение с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика не стабильна, что может быть вызвано изменением условий анализа (давления и расхода газа, засорением распылителя и т. д.), выясняют причины. После устранения несоответствий при необходимости готовят новые градуировочные растворы, по которым строят новые градуировочные характеристики.

7.5.4.5 Обработка (вычисление) результатов анализа

Вычисление результатов анализа при определении содержания золота атомно-абсорбционным методом проводят следующим образом.

По полученным значениям сигнала растворов сравнения строят градуировочные характеристики: по оси абсцисс откладывают концентрацию элемента в (мкг/см^3), по оси ординат — значения сигнала. По градуировочному графику находят концентрацию золота в (мкг/см^3). Программное обеспечение современных приборов включает в себя автоматическое построение градуировочных характеристик при измерении градуировочных растворов.

Массовую долю золота C в (г/т) вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_x \cdot V \cdot V_1}{m \cdot V_2}, \quad (18)$$

где C_x — массовая концентрация определяемого элемента в анализируемом растворе, найденная по градуировочной характеристике, мкг/см^3;

V — общий объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески пробы, г;

V_1 — конечный объем раствора, подготовленный для измерения, см^3;

V_2 — объем аликвотной части раствора, взятой для определения золота, см^3.

За результат анализа принимают среднее значение результатов трех параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости:

$$|C_1 - C_2| \le r. \quad (19)$$

Значения предела повторяемости для трех результатов параллельных определений приведены в таблице 12.

В случае превышения предела повторяемости проводят повторный анализ для трех параллельных определений. Абсолютное расхождение между максимальным и минимальным значениями массовой доли определяемых компонентов не должно превышать предела повторяемости для шести измерений $r(6)$:

$$|C_{max} - C_{min}| \le r(4) = 4{,}03\ \sigma_r. \quad (20)$$

В случае повторного превышения указанных нормативов при одновременно высоком качестве анализа стандартных образцов делают предположение о неоднородности распределения элемента в материале пробы. В этом случае заказчику выдают все результаты анализа по пробе, не усредняя их, с соответствующими разъяснениями.

Расхождения между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должны превышать предела воспроизводимости

$$R = 2{,}77\sigma_R. \quad (21)$$

Если абсолютное расхождение между результатами двух измерений не превышает R, эти результаты анализа считают достоверными и сходимыми, и в качестве окончательного результата может использоваться их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости указаны в таблице 12. Если предел воспроизводимости R превышен, выясняют причины этого превышения (ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002, раздел 5.3).

Таблица 12 — Диапазон измерений, значения пределов внутрилабораторной прецизионности, повторяемости и воспроизводимости золота

Диапазон измерений определяемых элементов, массовая доля, %	Предел повторяемости (для трех результатов параллельных определений), r (при P = 0,95), массовая доля, %	Предел воспроизводимости (для двух результатов анализа), R (при P = 0,95), массовая доля, %
Св.0,000002 до 0,00005 включ.	0,50С	0,83С
Св.0,00005 до 0,0002 включ.	0,47С	0,75С
Св.0,0002 до 0,0005 включ.	0,25С	0,50С
Св.0,0005 до 0,001 вкл.	0,30С	0,33С
Св.0,001 до 0,002 включ.	0,13С	0,23С
Св.0,002 до 0,005 включ.	0,09С	0,15С
Св.0,005 до 0,01 включ.	0,053С	0,089С

Если условие стабильности градуировочных характеристик не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо приготовить и выполнить повторное его измерение с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика не стабильна, что может быть вызвано изменением условий анализа (давления и расхода газа, засорением распылителя и т.д.), выясняют причины. После устранения несоответствий при необходимости готовят новые градуировочные растворы, по которым строят новые градуировочные характеристики.

Для построения градуировочного графика используют градуировочные растворы.

В случае повторного превышения указанных нормативов при одновременно высоком качестве анализа стандартных образцов делают предположение о неоднородности распределения элемента в материале пробы. В этом случае заказчику выдают все результаты анализа по пробе, не усредняя их, с соответствующими разъяснениями.

Если абсолютное расхождение между результатами двух измерений не превышает R, эти результаты анализа считают достоверными и сходимыми, и в качестве окончательного результата может использоваться их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости указаны в таблице 12. Если предел воспроизводимости R превышен, выясняют причины этого превышения (ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002, подраздел 5.3).

Контроль стабильности результатов анализа

Контроль результатов анализа включает контроль правильности, воспроизводимости, промежуточной прецизионности и повторяемости результатов анализа.

8 Упаковка, транспортирование и хранение

8.1 Упаковка

8.1.1 Сурьмяные концентраты, упакованные по 4.1.8, транспортируют железнодорожным и морским транспортом в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

8.1.2 Сурьмяные концентраты, упакованные в контейнеры по 4.1.7, транспортируют на открытом подвижном составе.

8.1.3 Размещение и крепление контейнеров проводится в соответствии с требованиями погрузки и крепления грузов, действующими на транспорте данного вида по ГОСТ 12.3.009.

8.1.4 Сурьмяные концентраты хранятся в условиях, исключающих потери и увлажнения.

8.1.5 Срок хранения сурьмяных концентратов не ограничен.

Библиография

[1] Федеральный закон от 21 июля 1997 г. № 116-ФЗ «О промышленной безопасности опасных производственных объектов»

[2] Приказ Минтруда России от 9 декабря 2014 г. № 997н «Об утверждении Типовых норм бесплатной выдачи специальной одежды, специальной обуви и других средств индивидуальной защиты работникам сквозных профессий и должностей всех видов экономической деятельности, занятым на работах с вредными и (или) опасными условиями труда, а также на работах, выполняемых в особых температурных условиях или связанных с загрязнением»

УДК 622.349.7: 006.354 ОКС 73.060.99

Ключевые слова: концентрат сурьмяный, массовая доля, требования безопасности, контроль воздуха рабочей зоны, правила приемки, методы контроля, химические методы анализа, спектрометрические анализы, контроль стабильности результатов анализа, транспортировка концентрата

БЗ 12—2020

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 22.10.2020 Подписано в печать 09.11.2020. Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,95.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru