ГОСТ 22772.0—96
(ИСО 4297—78)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ И АГЛОМЕРАТЫ

ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К МЕТОДАМ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 1—98

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН МТК 147, Институтом стандартных образцов (ИСО ЦНИИчермет)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9—96 от 12.04.96)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Приложение Б настоящего стандарта представляет собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 4297—78 «Руды и концентраты марганцевые. Методы химического анализа. Общие правила проведения»

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 9 декабря 1997 г. № 402 межгосударственный стандарт ГОСТ 22772.0—96 (ИСО 4297—78) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1999 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 22772.0—77

© ИПК Издательство стандартов, 1998

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Проба 1
4 Средства измерений 2
5 Реактивы и растворы 2
6 Проведение анализа 3
7 Требования к результатам анализа 3
Приложение А Термины, применяемые в настоящем стандарте, и их пояснения 4
Приложение Б Руды и концентраты марганцевые. Методы химического анализа. Общие правила проведения (ИСО 4297—78) 6

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ И АГЛОМЕРАТЫ

Общие требования к методам химического анализа

Manganese ores, concentrates and agglomerates.
General requirements for methods of chemical analysis

Дата введения 1999—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам химического анализа марганцевых руд, концентратов и агломератов (далее — руд) и общие требования к методам анализа по международному стандарту ИСО 4297 (в соответствии с приложением Б).

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 16598—80 Руды марганцевые, концентраты и агломераты. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения содержания влаги

ГОСТ 22772.1—96 Руды марганцевые, концентраты и агломераты. Метод определения гигроскопической влаги

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

3 ПРОБА

3.1 Пробу для химического анализа отбирают и подготавливают по ГОСТ 16598.

3.2 Анализ проводят из воздушно-сухих навесок.

Усредненную пробу доводят до воздушно-сухого состояния. Для этого ее высыпают на глянцевую бумагу, распределяют ровным слоем толщиной не более 3 мм и оставляют в комнате на 4—12 ч, не допуская попадания пыли. Время, необходимое для достижения воздушно-сухого состояния, то есть относительного постоянства массы на воздухе, устанавливают опытным путем. Воздушно-сухую пробу помещают в соответствующую тару, перемешивают и хранят, закрыв от попадания пыли.

3.3 При определении содержания компонентов из воздушно-сухих проб одновременно проводят определение гигроскопической влаги по ГОСТ 22772.1.

Результаты рассчитывают с учетом гигроскопической влаги путем умножения на коэффициент K.

Издание официальное

Коэффициент K пересчета результатов определения массовой доли компонентов на их массовую долю в сухом материале, то есть не содержащем гигроскопической влаги, рассчитывают до четвертого десятичного знака по формуле

$$K = \frac{100}{100 - X_{H_2O}},$$

где X_{H_2O} — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, %.

3.4 В случае негигроскопичных руд определение можно проводить из пробы, высушенной при (105±5) °С до постоянной массы, либо при (130±5) °С в течение 15 мин, либо при (150±5) °С в течение 5 мин, если это не приведет к искажению результатов анализа из-за изменения химического состава пробы.

При анализе из высушенных проб результаты рассчитывают без учета гигроскопической влаги.

3.5 Определение содержания компонентов в пробах, отобранных с горячего агломерата, после измельчения и охлаждения в герметично закрытой посуде проводят без высушивания и учета гигроскопической влаги.

4 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

4.1 Взвешивание проводят на лабораторных весах общего назначения по ГОСТ 24104. Массу осадков, навесок проб и веществ для приготовления стандартных растворов измеряют до четвертого десятичного знака на весах второго класса точности с наибольшим пределом взвешивания до 200 г или на любых других весах с теми же метрологическими характеристиками.

Необходимую точность взвешивания в остальных случаях приводят в стандартах на конкретные методы анализа.

4.2 Для проведения анализа применяют:

посуду и оборудование стеклянные:

цилиндры, мензурки, колбы, пробирки по ГОСТ 1770;

бюретки по ГОСТ 29251;

пипетки по ГОСТ 29227;

фарфоровые тигли, лодочки и др. по ГОСТ 9147;

тигли и чашки из платины по ГОСТ 6563;

посуду из стеклоуглерода марки СУ-2000;

стандартизованные средства измерения аналитического сигнала;

другие средства измерения и оборудование с метрологическими и техническими характеристиками, не уступающими стандартизованным средствам измерения.

Для измерения объемов аликвот анализируемых и стандартных растворов, объемов титрантов и растворов реактивов, применяемых в фотометрических методах анализа для образования окрашенных соединений, используют пипетки, бюретки, мерные колбы.

Для измерения объемов реактивов, растворов кислот и щелочей используют мензурки, цилиндры, автоматические пипетки и бюретки.

4.3 При использовании инструментальных методов анализа необходимо выбирать оптимальные условия измерения аналитического сигнала, обеспечивающие необходимую чувствительность и точность в зависимости от применяемого метода, типа прибора, определяемого компонента и массовой доли его в анализируемой пробе.

5 РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

5.1 Реактивы должны иметь степень чистоты не ниже чем «чистые для анализа» (ч.д.а.).

Применение реактивов более низкой квалификации и любые другие требования к реактивам должны оговариваться в соответствующих стандартах на методы анализа.

5.2 Для приготовления стандартных и титрованных растворов (растворы для градуировочного графика и растворы сравнения, титранты, растворы для установления массовой концентрации растворов титрантов) используют реактивы квалификации не ниже чем «химически чистые» (х.ч.) и металлы с содержанием основного вещества не менее 99,9 % (исходные вещества), если в стандартах на методы анализа нет других указаний.

5.3 Для приготовления растворов и при проведении анализа применяют дистиллированную

воду по ГОСТ 6709. Необходимость применения деионированной или бидистиллированной воды устанавливают в стандартах на методы анализа.

5.4 Концентрацию растворов выражают:

массовая концентрация — г/дм^3 или г/см^3 раствора;

массовая доля (масса вещества в граммах, отнесенная к 100 г раствора) — %;

объемная концентрация — см^3/дм^3 раствора;

объемная доля (объем вещества в см^3, отнесенный к 100 см^3 раствора) — %;

молярная концентрация — моль/дм^3;

молярная концентрация эквивалента (нормальность) — моль/дм^3.

5.5 Степень разбавления кислот и растворов указывают по формуле *А*:*Б* (например 1:1), где буква *А* означает объемную часть разбавляемого концентрированного раствора, *Б* — объемную часть растворителя.

Если в стандарте не указана концентрация кислоты или водного раствора аммиака, это означает, что применяют концентрированную кислоту или концентрированный раствор аммиака.

5.6 Термин «теплая» или «горячая» вода (или раствор) означает, что жидкость имеет температуру от 40 до 75 °С или более 75 °С соответственно.

5.7 Массовую концентрацию титрованных растворов устанавливают не менее чем по трем навескам исходного вещества (5.2), стандартного образца (6.3) или трем аликвотам стандартного раствора. Среднее арифметическое трех полученных результатов округляют до четырех значащих цифр.

5.8 Градуировочные графики строят в прямоугольных координатах не менее чем по трем точкам, равномерно распределенным по диапазону определяемых содержаний компонента.

Аналитический сигнал для каждой точки графика рассчитывают как среднее арифметическое двух параллельных определений.

5.9 При определении по методу сравнения (или ограничивающих растворов) аналитический сигнал (оптическая плотность и т.д.) раствора сравнения определяют как среднее арифметическое трех параллельных определений.

6 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1 Массовую долю каждого компонента в пробе определяют параллельно (или независимо) в двух навесках.

6.2 Одновременно с анализом пробы проводят через ход анализа не менее двух контрольных опытов для внесения в результат анализа поправки на загрязнение реактивов определяемым компонентом.

6.3 С целью контроля погрешности результата анализа в тех же условиях, что и пробу, анализируют в двух навесках стандартный образец, химический состав которого не должен отличаться от состава исследуемой пробы настолько, чтобы потребовалось изменение методики анализа.

При отсутствии стандартного образца контроль погрешности результата анализа осуществляют методом добавок или анализом синтетических смесей.

6.4 При возникновении разногласий в оценке качества продукции определяют содержание компонентов в трех навесках воздушно-сухой пробы с тремя контрольными опытами. Одновременно в трех навесках анализируют стандартный образец.

6.5 Допускается для контроля погрешности результатов анализа нескольких проб одного и того же типа руды анализировать один стандартный образец того же типа и проводить один контрольный опыт (но не реже одного раза в смену) при условии использования одной методики и одних и тех же реактивов.

7 ТРЕБОВАНИЯ К РЕЗУЛЬТАТАМ АНАЛИЗА

7.1 Термины, используемые в настоящем разделе, и их пояснения приведены в приложении А.

7.2 За результат анализа одной пробы или стандартного образца принимают среднее арифметическое результатов двух (трех) определений, выполненных одним или двумя аналитиками, с учетом среднего арифметического двух(трех) результатов контрольного опыта.

7.3 Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$) не превысит предела Δ, %, при выполнении следующих условий:

расхождение между результатами двух(трех) параллельных (или независимых) определений (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$) не должно превышать значения d_2 (d_3);

воспроизведенное значение массовой доли компонента в стандартном образце не должно отличаться от аттестованного более чем на допускаемое значение δ, %, (при доверительной вероятности $P = 0,85$).

При невыполнении одного из вышеуказанных условий проводят повторное определение. Если и при повторном определении требования к точности результатов анализа не выполняются, результаты признают неверными, анализ прекращают до выяснения и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

Расхождение между двумя средними результатами анализа, полученными в различных условиях (например, при внутрилабораторном контроле воспроизводимости) не должно превышать значения d_k (при доверительной вероятности $P = 0,95$).

Значения Δ, d_2, d_3, δ, d_k (приложение А) приведены в соответствующих стандартах на методы анализа.

7.4 Контроль погрешности результата анализа методом добавок осуществляют нахождением массовой доли определяемого компонента в анализируемой пробе после введения добавки. Добавки выбирают таким образом, чтобы сохранились оптимальные условия проведения анализа, предусмотренные конкретным стандартом на методы анализа.

Погрешность результата анализа не превысит предела Δ, %, если для пробы с добавкой и без нее выполняются условия по 7.3, а также если найденное значение добавки отличается от расчетного не более чем на $\sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2}$, где δ_1 и δ_2 берут из соответствующего стандарта на методы анализа для значений массовой доли контролируемого компонента в пробе и в пробе с добавкой.

7.5 Контроль погрешности результата анализа по синтетическим смесям осуществляют путем воспроизведения значения массовой доли определяемого компонента, введенного в эту смесь.

Погрешность результата анализа не превысит предела Δ, если для синтетической смеси выполняется условие по 7.3, а также, если воспроизведенное значение массовой доли компонента в синтетической смеси отличается от введенного в смесь не более чем на значение воспроизводимости δ, взятое из соответствующего стандарта на методы анализа.

7.6 Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и соответствующее значение погрешности Δ.

7.7 Округление результатов анализа проводят в следующем порядке:

если цифра в последующем десятичном разряде меньше 5, то цифра в предыдущем разряде не меняется;

если цифра в последнем десятичном разряде равна или больше 5, то цифра в предыдущем разряде увеличивается на единицу;

округление следует выполнять сразу до требуемого количества значащих цифр, а не по этапам.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

ТЕРМИНЫ, ПРИМЕНЯЕМЫЕ В НАСТОЯЩЕМ СТАНДАРТЕ, И ИХ ПОЯСНЕНИЯ

Термин	Пояснение	Обозначение	Формула расчета норм и нормативов контроля погрешности результатов количественного химического анализа (КХА) при доверительной вероятности P
1 Норма погрешности результатов количественного химического анализа (КХА)	Характеристика погрешности результатов КХА, задаваемая в качестве допускаемой в соответствии с требуемой точностью	Δ	$\Delta = 2{,}2\ \sigma_к$ при $P = 0{,}95$
2 Нормативы контроля погрешности результатов КХА	Численные значения, соответствующие критериям для принятия решения по результатам контроля относительно соответствия характеристик погрешности результатов КХА установленным требованиям	—	—
3 Допускаемые расхождения между наибольшим и наименьшим результатами двух (трех) определений (норматив сходимости)	—	d_2 (d_3)	$d_2 = 2{,}3\ \sigma_к$ при $P = 0{,}95$ $d_3 = 2{,}8\ \sigma_к$ при $P = 0{,}95$
4 Допускаемое отличие результата воспроизведения аттестованной характеристики стандартного образца от ее значения (норматив для контроля правильности результатов анализа)	—	δ	$\delta = 1{,}44\ \sigma_к$ при $P = 0{,}85$
5 Допускаемые расхождения между результатами химического анализа одной пробы, полученными в различных условиях (норматив для контроля воспроизводимости)	—	$d_к$	$d_к = 2{,}77\ \sigma_к$ при $P = 0{,}95$

$\sigma_к$ — нормированное значение среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности результатов КХА, характеризующей воспроизводимость результатов анализа.

*ПРИЛОЖЕНИЕ Б**
(рекомендуемое)

РУДЫ И КОНЦЕНТРАТЫ МАРГАНЦЕВЫЕ

Методы химического анализа.
Общие правила проведения (ИСО 4297—78)

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам химического анализа марганцевых руд и концентратов

2 ССЫЛКИ

ИСО 310—81 (ГОСТ 22772.1—96) «Руды марганцевые. Определение содержания гигроскопической влаги в пробах для анализа. Гравиметрический метод».

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

3.1 Реактивы

3.1.1 Все применяемые реактивы должны иметь степень чистоты х.ч. (purissimum). При отсутствии реактивов указанной чистоты допускается применение реактивов меньшей степени чистоты — ч.д.а. (pro analysi).

3.1.2 При выполнении определений и приготовлении растворов применяют дистиллированную воду, для определения микропримесей — бидистиллированную или деионированную воду.

3.1.3 Растворы реактивов готовят непосредственно перед употреблением и при необходимости фильтруют.

3.1.4 Температуру растворов в мерных колбах перед заполнением их до метки доводят до 20 °С.

3.1.5 Выражение «горячая вода (или раствор)», если нет других указаний, означает температуру жидкости выше 60 °С. Выражение «теплая вода (или раствор)» означает температуру жидкости в пределах 40—60 °С.

3.1.6 В выражениях «разбавленный 1:1, 1:2, 1:5 и т.д.» первые цифры означают объемные части концентрированного раствора, вторые — объемные части воды.

3.1.7 Концентрацию растворов выражают одной из следующих форм:

а) % (*m/m*, по массе) — означает массу компонента в граммах на 100 г раствора;

б) г/дм^3 — означает число граммов компонента в 1 дм^3 раствора;

в) % (*V/V*, по объему) — означает объем компонента в кубических сантиметрах в 100 см^3 раствора.

3.1.8 Стандартизацию титрованного раствора проводят для каждой серии анализов не менее чем по трем определениям.

3.2 Аппаратура

3.2.1 Взвешивание проводят на аналитических весах с погрешностью, близкой к 0,0002 г.

3.2.2 Разновесы и лабораторные измерительные приборы (пипетки, бюретки, мерные колбы, термометры) должны быть поверены. Поправочные коэффициенты должны учитываться при вычислении результатов анализа.

3.2.3 Кюветы для измерения светопоглощения окрашенных растворов выбирают таким образом, чтобы толщина позволяла проводить измерение в оптимальной области оптических плотностей.

3.3 Проба

Анализ проводят из воздушно-сухой пробы или из пробы, высушенной при 105—110 °С.

3.4 Выполнение определения

3.4.1 *Количество навесок*

Определение содержания элемента в марганцевых рудах или концентратах проводят одновременно в двух навесках (или трех, если установлено в соответствующем стандарте или по согласованию сторон).

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух определений. При этом максимальное расхождение между результатами определений не должно превышать допускаемого расхождения для соответствующего интервала содержания элемента, указанного в пункте «Допускаемые расхождения между результатами двух (повторных или параллельных) определений» соответствующего стандарта.

Если максимальное расхождение между результатами двух определений превышает допускаемое расхождение, определение повторяют после устранения причин отклонения в трех новых навесках.

3.4.2 *Контрольный опыт*

Одновременно с определением элемента в тех же условиях, за исключением случаев, особо оговоренных

*Применяют при экспортно-импортных поставках.

в соответствующем международном стандарте, проводят два контрольных опыта для внесения в результат определения соответствующей поправки.

3.4.3 *Проверочные испытания*

Одновременно с определением элемента в тех же условиях в двух навесках проводят анализ стандартного образца того же типа марганцевой руды или концентрата, к которому относится анализируемая проба.

Среднее арифметическое результатов двух определений стандартного образца марганцевой руды или концентрата не должно отличаться от результата, указанного в свидетельстве, более чем на половину значения допускаемого расхождения для соответствующего интервала содержания элемента, указанного в пункте «Допускаемые расхождения между результатами двух повторных (или параллельных) определений» соответствующего стандарта.

В противном случае определение содержания элемента в анализируемой пробе и стандартном образце после устранения причин отклонения повторяют.

3.4.4 *Определение содержания гигроскопической влаги*

Одновременно с взятием навесок для определения содержания элементов должны быть взяты две навески образца для определения содержания гигроскопической влаги в соответствии с ИСО 310 (ГОСТ 22772.1).

При установлении содержания фосфора гигроскопическую влагу определяют из одной навески.

Для пересчета результатов определения содержаний элементов на сухую пробу числовые значения этих результатов умножают на коэффициент K, рассчитываемый до третьего десятичного знака по формуле

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

где A — содержание гигроскопической влаги в процентах по массе, определенное в соответствии с ИСО 310 (ГОСТ 22772.1).

3.5 Градуировочные графики

Градуировочные графики строят в прямоугольных координатах, при этом по оси абсцисс откладывают содержание определяемого элемента в миллиграммах, по оси ординат — значение сигнала (оптической плотности, силы тока и т.д.).

Градуировочные графики строят одновременно с проведением анализа по трем измерениям оптической плотности серии стандартных растворов. Градуировочные графики, построенные по стандартным растворам, рекомендуется проверять по 1—2 стандартным образцам.

3.6 Протокол испытания

Протокол испытаний должен содержать следующие данные:

указания, необходимые для определения пробы;

ссылку на соответствующий стандарт;

результаты анализа;

число результатов;

замечания, возникшие во время определения, и любые операции, не предусмотренные настоящим стандартом, которые могли бы повлиять на результаты анализа.

УДК 622.341.2:543.06:006.354 МКС 73.060 А39 ОКСТУ 0740

Ключевые слова: руды марганцевые, концентраты марганцевые, агломераты марганцевые, проба, средства измерений, реактивы, растворы

Редактор *Т.С. Шеко*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 09.02.98. Подписано в печать 26.05.98. Усл.печ.л1,40. Уч.-изд.л. 0,80.
Тираж 234 экз. С/Д 3084. Зак. 690.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru