ГОСТ 30240.0-95 — ГОСТ 30240.9-95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

КОНЦЕНТРАТ БАРИТОВЫЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

БЗ 1—95/8

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

ГОСТ 30240.0-95 — ГОСТ 30240.9-95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ

КОНЦЕНТРАТ БАРИТОВЫЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Издание официальное

Москва
ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
1996

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНЫ Восточным научно-исследовательским горно-металлургическим институтом цветных металлов (ВНИИцветмет)

ВНЕСЕНЫ Госстандартом Республики Казахстан

2 ПРИНЯТЫ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 от 26 апреля 1995 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Казглавстандарт
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменгосстандарт
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 21.03.96 № 194 межгосударственные стандарты ГОСТ 30240.0-95 — ГОСТ 30240.9-95 введены в действие непосредственно в качестве государственных стандартов Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 4682—84 в части раздела «Методы анализа»

© ИПК Издательство стандартов, 1996

Настоящие стандарты не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

ГОСТ 30240.0—95 Концентрат баритовый. Общие требования к методам анализа 1
ГОСТ 30240.1—95 Концентрат баритовый. Методы определения сульфата бария 10
ГОСТ 30240.2—95 Концентрат баритовый. Фотометрический метод определения двуокиси кремния 18
ГОСТ 30240.3—95 Концентрат баритовый. Метод определения железа, суммы кальция и магния 25
ГОСТ 30240.4—95 Концентрат баритовый. Метод определения водорастворимых солей и водорастворимого кальция 31
ГОСТ 30240.5—95 Концентрат баритовый. Метод определения плотности . 37
ГОСТ 30240.6—95 Концентрат баритовый. Метод определения массовой фракции 6 мкм 40
ГОСТ 30240.7—95 Концентрат баритовый. Метод определения pH водной вытяжки 44
ГОСТ 30240.8—95 Концентрат баритовый. Метод определения пирита . . 47
ГОСТ 30240.9—95 Концентрат баритовый. Метод определения фтора . . 52

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ БАРИТОВЫЙ

Общие требования к методам анализа

Barite concentrate
General requirements for methods of analysis

Дата введения 1997—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на баритовые концентраты и устанавливает общие требования к методам анализа.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты и другие нормативно-технические документы:

ГОСТ 8.010—90 Методики выполнения измерений

ГОСТ 8.315—91 ГСИ. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

ГОСТ 8.326—89 ГСИ. Метрологическая аттестация средств измерений

ГОСТ 12.1.004—91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.016—79 ССБТ. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ

ГОСТ 12.1.019—79 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

Издание официальное

1

ГОСТ 12.1.038—82 ССБТ. Электробезопасность. Предельно допустимые значения напряжений прикосновения и токов

ГОСТ 12.2.007.0—75 ССБТ. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.021—75 ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования

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

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканевые с квадратными ячейками

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 14180—80 Руды и концентраты цветных металлов. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения влаги

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

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

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

РД 50—674—88 Методические указания. Метрологическое обеспечение количественного химического анализа. Основные положения

ОСП 72—87 Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками радиоактивных излучений, утвержденные Главным государственным санитарным врачом СССР 26.07.89, № 4422—87

НРБ—76/87 Нормы радиационной безопасности, утвержденные Главным санитарным врачом СССР 26.05.87, № 43—92—87

СПОРО—85 Санитарные правила обращения с радиоактивными отходами, утвержденные Главным санитарным врачом СССР 01.10.85

СНиП 2.09.04—87 Административные и бытовые здания

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

3.1 Отбор и подготовку проб к анализу проводят по ГОСТ 14180 и нормативно-технической документации на баритовые концентраты.

3.2 Для определения массовой доли фракции 6 мкм используют пробу баритового концентрата, отобранную по ГОСТ 14180 и высушенную при 105—110 °С до постоянной массы.

pH водной вытяжки, массовые доли сульфата бария, двуокиси кремния, пирита, суммы кальция и магния, водорастворимых солей и водорастворимого кальция, плотности и фтора определяют из пробы баритового концентрата, высушенной при 105—110 °С до постоянной массы и измельченной до размера частиц, проходящих через сетку № 0071 по ГОСТ 6613.

3.3 Для проведения анализа применяют мерную лабораторную стеклянную посуду не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227 (пипетки), ГОСТ 29251 (бюретки) и ГОСТ 1770 (цилиндры, мензурки, колбы), посуду и оборудование по ГОСТ 25336, фарфоровую посуду и оборудование по ГОСТ 9147 (тигли, вставки для эксикаторов, чашки и др.), а также тигли из платины по ГОСТ 6563.

3.4 Применяемые стандартизованные средства измерений должны пройти государственную поверку. Применяемые нестандартизованные аналитические приборы должны проходить аттестацию по РД 50—674 и ГОСТ 8.326.

3.5 Применяемые реактивы должны иметь квалификацию не ниже «чистые для анализа». Допускается применять реактивы более низкой квалификации при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов анализа, нормированных в методике анализа.

3.6 Для приготовления растворов и при проведении анализа применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709.

В выражении «разбавленный 1:1, 1:2 и т. д.» и обозначении 1:1, 1:2 и т. д. первые цифры означают объемную часть разбавляемого

реактива (например, концентрированной кислоты), вторые — объемную часть воды.

Если в методике анализа не указана концентрация или степень разбавления раствора реактива (кислота, аммиак и т. д.), то имеется в виду концентрированный раствор реактива.

3.7 Термин «горячая вода (раствор)» означает, что вода (раствор) имеет температуру выше 70 °С, «теплая вода (раствор)» — 40—50 °С.

3.8 Навески анализируемого концентрата, веществ, используемых для приготовления стандартных, титрованных, вспомогательных растворов, плавней, осадков (в гравиметрическом анализе) взвешивают на лабораторных весах общего назначения по ГОСТ 24104 не ниже 2-го класса точности с пределом взвешивания 200 и 500 г и погрешностью не более 0,0002 и 0,02 г соответственно или на любых других весах, отвечающих по своим метрологическим характеристикам указанным требованиям.

Необходимая точность взвешивания указана в стандартах методов анализа числом десятичных знаков.

3.9 Градуировочные графики строят в прямоугольных координатах. По оси абсцисс откладывают массу или массовую долю в процентах определяемого компонента, а по оси ординат — значение аналитического сигнала.

Для построения градуировочных графиков используют не менее пяти градуировочных точек, при этом каждую точку строят по среднему арифметическому результату параллельных определений, число которых оговаривается в методике анализа.

Допускается применять градуировочную функцию.

3.10 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

3.11 Если параллельно с проведением анализа в тех же условиях проводят контрольный опыт для внесения соответствующей поправки в результат анализа, число параллельных определений при контрольном опыте должно быть равно двум.

Поправку результатов определения на результат контрольного опыта определяют вычитанием из результата определения при анализе пробы значения контрольного опыта.

3.12 Расхождение результатов параллельных определений при анализе пробы не должно превышать допускаемого расхождения d

(при доверительной вероятности $P=0,95$), указанного в стандартах на методы анализа.

Если расхождение результатов параллельных определений превышает значение d, нормированное в методике анализа, то анализ повторяют.

Если и в этом случае расхождение результатов параллельных определений превышает нормированное значение d, то выполнение анализа по данной методике прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших наблюдаемое расхождение.

3.13 Расхождение результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях, а также в одной лаборатории, но в различных условиях, не должно превышать допускаемого расхождения D двух результатов анализа (при доверительной вероятности $P=0,95$), указанного в соответствующих стандартах.

3.14 Контроль точности анализа осуществляют с помощью стандартных образцов состава баритового концентрата государственных (ГСО), отраслевых (ОСО) или стандартных образцов предприятия (СОП), разработанных и утвержденных по ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов анализа, полученных принципиально различными методами, не реже одного раза в месяц, если конкретным стандартом не предусмотрена другая периодичность контроля, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе.

3.15 Контроль точности анализа по стандартным образцам проводят одновременно с анализом проб воспроизведением массовой доли определяемого компонента в стандартном образце.

Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений принимают за воспроизведенную массовую долю определяемого компонента в стандартном образце.

Расхождения между результатами параллельных определений при анализе стандартного образца не должны превышать допускаемых.

Анализ проб считается точным, если результат анализа стандартного образца на содержание данного компонента отличается от аттестованной характеристики не более чем на $\sqrt{\Delta_{ат}^2 + 0,5\ D^2}$,

где $\Delta_{ат}$ — погрешность аттестации стандартного образца;

D — допускаемое расхождение между результатами анализов.

3.16 Для контроля точности анализа методом добавок определяют массовую долю анализируемого компонента в концентрате пос-

ле добавления аликвотной части стандартного раствора компонента к пробе до проведения анализа.

Добавку (объем стандартного раствора) выбирают таким образом, чтобы она составляла 50—100 % содержания анализируемого компонента в пробе.

Среднее арифметическое результатов параллельных определений принимают за массовую долю данного компонента в пробе с добавкой.

Расхождения между результатами параллельных определений в пробе с добавкой не должны превышать допускаемых.

Величину добавки, найденную в результате проведения анализа, вычисляют как разность между содержанием определяемого компонента в пробе с добавкой ($C_{a+д}$) и результатами анализа пробы (C_a).

Анализ проб считается точным, если найденная добавка отличается от введенной не более, чем на 0,71 $\sqrt{D_1^2 + D_2^2}$, где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения двух результатов анализа для пробы и пробы с добавкой соответственно.

3.17 Точность анализа сравнения результатов двух принципиально различных методов определяют сопоставлением результатов анализа одних и тех же проб, полученных по другой методике, включенной в стандарт на метод анализа или аттестованной по ГОСТ 8.010 и имеющей погрешность, не превышающую погрешность контролируемой методики.

При сравнении результатов двух стандартизованных методик критерии оценки точности анализа регламентируются конкретным стандартом на метод анализа.

При сравнении результатов, полученных по стандартизованной и аттестованной методикам, анализ считается точным, если расхождение между результатами не превышает 0,71 $\sqrt{D_1^2 + D_2^2}$, где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения двух результатов анализа, значения которых регламентированы в конкретных контролируемой и контрольной методиках анализа.

3.18 Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$) не должна превышать предела Δ, приведенного в соответствующих таблицах стандартов на методы анализа, при выполнении условий 3.12 и положительных результатах контроля точности анализа.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 Баритовый концентрат относится к малоопасным продуктам, так как содержит до 95 % сульфата бария в виде минерала барита и до 4,5 % кристаллической двуокиси кремния, относящихся к 4-му классу опасности.

4.2 Предельно допустимые концентрации в воздухе рабочей зоны барита — 6 мг/м³, кристаллической двуокиси кремния — 4 мг/м³ по ГОСТ 12.1.005.

4.3 При анализе баритового концентрата используют следующие реактивы и материалы, оказывающие вредное воздействие на организм человека: серную, соляную, азотную и уксусную кислоты, аммиак, гидроксид, сульфид и тетраборат натрия, молибдат аммония, источник радиоактивных излучений Am=241.

4.4 При работе с химическими реактивами, применяемыми для анализа, следует руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в НТД на их изготовление и применение.

4.5 При работе с легковоспламеняющимися органическими веществами (керосин) следует руководствоваться требованиями ГОСТ 12.1.004.

4.6 При работе с источниками радиоактивных излучений следует руководствоваться требованиями санитарных правил и норм в соответствии с ОСП—72/87, НРБ—76/87 и СПОРО — 85.

4.7 Химические анализы должны выполняться в соответствии с основными правилами безопасной работы в химических лабораториях.

4.8 Все работы при проведении анализа следует выполнять в вытяжном шкафу или других местах, оборудованных местной вытяжной вентиляцией, в спецодежде и средствах индивидуальной защиты.

4.9 Помещения лабораторий, в которых выполняется анализ баритового концентрата, необходимо оборудовать системой приточно-вытяжной вентиляции в соответствии с ГОСТ 12.4.021.

4.10 Пожарная безопасность лабораторных помещений должна обеспечиваться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004.

Помещения химической лаборатории должны быть обеспечены средствами огнетушения (огнетушитель с углекислотой, листовой асбест, песок).

4.11 Все электроустановки и электроаппаратура, применяемые при производстве анализов баритового концентрата, должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.007.0 и правилам устройства электроустановок.

4.12 Условия электробезопасности на рабочих местах должны соответствовать ГОСТ 12.1.019, ГОСТ 12.1.038, правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей и правилам техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей.

4.13 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны (паракислот, аммиака, аэрозолей реактивов, сероводорода), образующихся в ходе анализа, не должно превышать допустимых концентраций, указанных в ГОСТ 12.1.005.

4.14 Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны лаборатории необходимо осуществлять в соответствии с ГОСТ 12.1.005 по методикам, соответствующим требованиям ГОСТ 12.1.016 и утвержденным органами здравоохранения. Методики анализа должны быть аттестованы или стандартизованы в соответствии с требованиями ГОСТ 8.010.

4.15 Утилизация или обезвреживание отходов от производства анализов должны проводиться в соответствии с нормативно-технической документацией, согласованной с органами санитарного надзора.

4.16 Работающие в лаборатории должны проходить специальный инструктаж по безопасности труда с соответствующим оформлением в установленном порядке согласно ГОСТ 12.07.004, предварительное обучение безопасным методам работы и правилам обращения с защитными средствами и периодические медицинские осмотры согласно указаниям органов здравоохранения.

4.17 Работающие в лаборатории должны быть обеспечены бытовыми помещениями согласно СНиП 2.09.04, спецодеждой, спецобувью и другими средствами индивидуальной защиты в соответствии с типовыми отраслевыми нормами.

УДК 622.368.98—15:543.06:006.354 ОКС 73.060 А39 ОКСТУ 2141

Ключевые слова. концентрат баритовый, методы анализа, общие требования, требования безопасности

gost.e-ecolog.ru