ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 58220— 2018

РУДЫ НЕФЕЛИНОВЫЕ НЕОБОГАЩЕННЫЕ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «РУСАЛ Ачинский Глиноземный Комбинат» (АО «РУСАЛ Ачинск»), Акционерным обществом «Сибирский научно-исследовательский, конструкторский и проектный институт алюминиевой и электродной промышленности» (АО «СибВАМИ») и Ассоциацией «Объединение производителей, поставщиков и потребителей алюминия» (Алюминиевая Ассоциация)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 099 «Алюминий»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 11 сентября 2018 г. № 582-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, 2018

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 Классификация и технические требования 2
4 Требования безопасности 3
5 Правила приемки 3
6 Методы испытаний 4
7 Транспортирование и хранение 11
8 Гарантии изготовителя 11
Приложение А (справочное) Массовая доля оксида алюминия в нефелиновой руде на месторождениях Российской Федерации 12
Библиография 12

Введение

Нефелиноворудная база Российской Федерации включает в себя три месторождения с балансовыми запасами, расположенные на территории Сибирского федерального округа. Разрабатывается из них только одно — Кия-Шалтырское. Два месторождения — Горячегорское и Баянкольское разведаны и находятся в резерве нераспределенного государственного фонда недр.

В настоящем стандарте использованы технические характеристики нефелиновых руд данных месторождений.

Требования настоящего стандарта направлены на нормативное обеспечение деятельности отечественных предприятий горно-металлургического комплекса при производстве и реализации нефелиновых необогащенных руд, являющихся добытым полезным ископаемым, первым по своему качеству.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

РУДЫ НЕФЕЛИНОВЫЕ НЕОБОГАЩЕННЫЕ

Технические условия

Non-enriched nepheline ores. Specifications

Дата введения — 2018—10—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на нефелиновые необогащенные руды (далее — нефелиновые руды), являющиеся добытым полезным ископаемым — первой по своим техническим требованиям продукцией для предприятий горнодобывающей промышленности, не подвергнутой последующей переработке, предназначенной для производства металлургического глинозема и побочных продуктов.

1.2 Настоящий стандарт устанавливает технические требования к рудам, их классификацию в зависимости от способов использования и вещественного состава, общие правила приемки, методы испытаний, требования к транспортированию и хранению.

1.3 Настоящий стандарт не распространяется на нефелин-апатитовые руды.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 199 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4165 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

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

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4463 Реактивы. Натрий фтористый. Технические условия

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

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 4919.2 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

ГОСТ 5456 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

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

Издание официальное

ГОСТ 7172 Реактивы. Калий пиросернокислый

ГОСТ 10398 Реактивы и особо чистые вещества. Комплексонометрический метод определения основного вещества

ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11293 Желатин. Технические условия

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

ГОСТ 22235 Вагоны грузовые магистральных железных дорог колеи 1520 мм. Общие требования по обеспечению сохранности при производстве погрузочно-разгрузочных и маневровых работ

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

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 29251(ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30558 Глинозем металлургический. Технические условия

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

ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов 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 стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Классификация и технические требования

3.1 Нефелиновые руды относятся к единому металлургическому алюминиевому промышленному типу. По способам использования нефелиновые руды подразделяют на два технологических типа, различающиеся по вещественному составу:

1-й тип — нефелиновые руды, используемые в качестве сырья для получения металлургического глинозема (по ГОСТ 30558) и побочных продуктов при комплексной переработке;

2-й тип — нефелиновые руды, используемые в качестве сырья для получения нефелинового концентрата, в дальнейшем применяемого для получения глинозема металлургического и побочных продуктов при комплексной переработке.

3.2 К нефелиновым рудам 1-го типа относятся виды горных пород (в соответствии с [1]): уртиты и ийолит-уртиты.

К нефелиновым рудам 2-го типа относятся полевошпатовые уртиты, полевошпатовые ийолиты.

3.3 Нефелиновые руды — среднезернистые плотные горные породы светло-серого цвета, содержащие в основном составе нефелин, вторичные по нему минералы (канкринит, натролит, содалит, анальцим), амфиболы, пироксены, хлорит.

Нефелиновые руды 2-го типа дополнительно содержат минералы группы полевых шпатов.

3.4 Требования к качеству нефелиновой руды в поставляемой партии в зависимости от технологического типа должны соответствовать значениям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1 — Требования к нефелиновой руде по технологическим типам

Наименование показателя	Нормируемое значение* для	
	1-го типа	2-го типа
1 Массовая доля оксида алюминия (Al_2O_3), %, не менее	24,8	21,0
2 Массовая доля влаги, %, не более	6,0	6,0
3 Крупность кусков, мм, не более	300,0	300,0
* По согласованию потребителя и изготовителя допускается изменять нормируемые значения и устанавливать их в договоре поставки.		

Массовая доля оксида алюминия в нефелиновой руде в зависимости от месторождений Российской Федерации приведена в таблице А.1 (приложение А).

3.5 Требования к нефелиновой руде для конкретного предприятия должны соответствовать требованиям настоящего стандарта и устанавливаться в нормативно-технологических документах предприятия.

4 Требования безопасности

4.1 По степени воздействия на организм человека нефелиновая руда относится к 4-му классу опасности (вещества малоопасные) по ГОСТ 12.1.005.

Предельно допустимая концентрация пыли нефелиновой руды в воздухе рабочей зоны составляет 6 мг/м^3.

4.2 Нефелиновая руда поступает в воздух рабочей зоны в виде пыли. Пыль нефелиновой руды поступает в организм через органы дыхания и может вызвать раздражение верхних дыхательных путей.

4.3 Нефелиновая руда пожаро- и взрывобезопасна, не образует токсичных со-единений в воздушной среде.

4.4 Работающие с нефелиновой рудой должны быть обеспечены специальной одеждой, специальной обувью и индивидуальными средствами защиты согласно типовым и отраслевым нормам.

5 Правила приемки

5.1 Приемку нефелиновой руды осуществляют контролируемыми партиями после проведения приемо-сдаточных испытаний.

Масса контролируемой партии не должна превышать 5000 т.

При объеме поставляемых партий массой менее 5000 т массы контролируемой и поставляемой партий одинаковы.

Допускается по согласованию с потребителем устанавливать другие значения массы контролируемой партии по условиям договоров на поставку продукции.

5.2 Поставляемая партия (поставка) состоит из одной или нескольких принятых контролируемых партий нефелиновой руды, однородной по качеству, и сопровождается одним документом о качестве, содержащим:

- наименование предприятия-поставщика и его адрес;
- наименование и тип продукции;
- результаты испытаний;
- номер и дату выдачи документа о качестве;
- массу партии в тоннах;
- количество и номера транспортных средств для поставляемой партии;
- обозначение настоящего стандарта и договора на поставку.

Поставляемые партии продукции формируют из технологического потока и поставляют потребителю по установленному временному графику поставки или со склада. По массе партия должна быть кратной грузоподъемности железнодорожных вагонов.

Значения результатов испытаний показателей качества поставляемой партии, состоящей из нескольких контролируемых партий, рассчитывают как взвешенное среднеарифметическое значение.

Примечание — Взвешенное среднеарифметическое значение — сумма произведений значения каждого показателя на массу контролируемой партии, деленная на сумму масс всех контролируемых партий, входящих в поставляемую партию.

5.3 Для оценки качества нефелиновой руды применяют выборочный вид контроля.

5.4 При проведении приемо-сдаточных испытаний определение массовой доли оксида алюминия и влаги в нефелиновой руде осуществляют для каждой контролируемой партии.

Контроль крупности кусков нефелиновой руды осуществляется автоматически в процессе дробления руды путем регулирования ширины щели дробилки.

5.5 При получении неудовлетворительных результатов приемо-сдаточных испытаний проводят повторные испытания контролируемой партии.

Если результаты повторных испытаний не соответствуют требованиям, предъявляемым к продукции, партию бракуют.

6 Методы испытаний

6.1 Отбор и подготовка проб нефелиновой руды для химического анализа и определения массовой доли влаги — по ГОСТ 14180.

6.2 Определение массовой доли оксида алюминия

6.2.1 Определение массовой доли оксида алюминия в пробах нефелиновой руды с содержанием оксида титана до 0,5 % включительно

Метод основан на предварительном связывании ионов алюминия, железа, титана с трилоном Б, последующим разрушением комплекса трилоната алюминия фторидом натрия и образованием более прочного комплекса фторида алюминия. Освободившийся трилон Б оттитровывают азотнокислым цинком в среде буферного ацетатного раствора с pH = 5,5 в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого.

6.2.1.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы

Электропечь лабораторная любого типа, обеспечивающая температуру нагрева (500 ± 20) °С и (950 ± 50) °С.

Весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ Р 53228.

Шкаф сушильный электрический общелабораторного назначения типа СНОЛ.

Баня песчаная.

Тигель платиновый № 100-8 по ГОСТ 6563.

Щипцы из нержавеющей стали с платиновыми наконечниками длиной, равной 310 мм.

Лодочка для взвешивания.

Шпатель.

Кисть художественная № 6-7.

Часы песочные на 5 и 10 мин.

Стакан Н-1-400 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-25-2 или 3-25-2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-1-500-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретка 3-2-50,0-0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетка 2-2-50 по ГОСТ 29169.

Мензурка 50 по ГОСТ 1770.

6.2.1.2 Реактивы, растворы

Смесь для сплавления: натрий углекислый по ГОСТ 83 и натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, высушенный при 400 °С, смешивают в соотношении 6:1 по массе.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1, 1:49.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10 %.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор концентрации c (ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3 (0,05 М), готовят и устанавливают коэффициент молярности по ГОСТ 10398.

Цинк азотнокислый, раствор концентрации c ($Zn(NO_3)_2$) = 0,05 моль/дм^3, готовят по ГОСТ 10398 из металлического цинка по ГОСТ 3640 и азотной кислоты по ГОСТ 4461.

Ацетатный буферный раствор с pH = 5,5, готовят по ГОСТ 4919.2.

Метиловый оранжевый по технической документации, раствор с массовой долей 0,1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Натрий фтористый, раствор с массовой долей 4 %; готовят по ГОСТ 4517. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Ксиленоловый оранжевый по технической документации, раствор с массовой долей 0,1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Фильтры обеззоленные «белая лента», «красная лента» по технической документации.

Желатин пищевой по ГОСТ 11293, раствор с массовой долей 2 %. Готовят: 2,0 г желатина растворяют при перемешивании в 100 $см^3$ воды, нагретой до 70 °С. Применяют свежеприготовленный раствор.

Индикаторная бумага «конго» по технической документации.

6.2.1.3 Проведение испытания

а) Разложение проб нефелиновой руды

В платиновый тигель помещают 1,0000 г пробы, смешивают с 3,00 г смеси для сплавления. Тигель помещают в муфельную печь с температурой 500 °С на 10 мин, затем переставляют в муфельную печь с температурой 950 °С и выдерживают 20 мин для получения однородного плава. Тигель с плавом охлаждают, омывают его наружные стенки водой, помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$, добавляют 25 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, порциями по 5 $см^3$, выливая каждый раз после ослабления реакции раствор из тигля в стакан. После полного растворения плава тигель вынимают из стакана при помощи стеклянной палочки, обмывают его снаружи и изнутри 5—7 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, собирая смыв в тот же стакан.

б) Выделение кремниевой кислоты

Разложенную пробу выпаривают на песчаной бане до влажных солей (досуха выпаривать нельзя). Стакан снимают с бани, охлаждают, приливают 20 $см^3$ соляной кислоты, выдерживают 10 мин, добавляют 7 $см^3$ раствора желатина, перемешивают, выдерживают в течение 5 мин. Приливают 50 $см^3$ воды, нагретой до 90 °С, и тщательно перемешивают стеклянной палочкой.

Раствор фильтруют через два фильтра: один — «белая лента», другой — «красная лента» в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$. Осадок количественно переносят на фильтр, обмывая стенки и дно стакана соляной кислотой, разбавленной 1:49, нагретой до 90 °С. Осадок на фильтре сначала промывают 3—4 раза соляной кислотой, разбавленной 1:49, нагретой до 90 °С, затем водой, нагретой до 90 °С. Промывные воды собирают в одну колбу с фильтратом. Промывание заканчивают, если последняя порция промывных вод не изменяет цвет индикаторной бумаги «конго».

Раствор в мерной колбе охлаждают, объем доводят до метки водой, перемешивают и сохраняют для определения оксида алюминия.

в) Комплексонометрический метод определения оксида алюминия

От солянокислого раствора, полученного после отделения кремниевой кислоты по 6.2.1.3б), отбирают пипеткой аликвотную часть 50 $см^3$, переносят в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$, добавляют 50 $см^3$ воды. К раствору добавляют одну каплю метилового оранжевого и нейтрализуют раствором аммиака до перехода красного цвета раствора в желтый, а затем соляной кислотой, разбавленной 1:1, до красного цвета и две капли избытка.

Из бюретки добавляют 20 $см^3$ раствора трилона Б, раствор нагревают до кипения и кипятят одну минуту.

Для создания среды горячий раствор нейтрализуют раствором аммиака до перехода окраски раствора в желтый цвет, прибавляют 20 $см^3$ буферного раствора и охлаждают. Добавляют три капли индикатора ксиленолового оранжевого, титруют раствором азотнокислого цинка до перехода окраски раствора из желтой в буро-красную, прибавляют одну каплю избытка. Количество раствора азотнокислого цинка, израсходованного на это титрование, в расчет не принимают.

Для разрушения комплекса алюминия с трилоном Б к раствору добавляют 40 $см^3$ раствора фтористого натрия, нагревают до кипения и кипятят в течение 5 мин. Раствор охлаждают, добавляют две капли ксиленолового оранжевого и титруют высвободившийся трилон Б раствором азотнокислого цинка до перехода желтой окраски раствора в буро-красную.

Обработка результатов

Массовую долю оксида алюминия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}00255 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100, \quad (1)$$

где V — объем раствора азотнокислого цинка, концентрации точно 0,05 моль/дм^3, пошедший на титрование трилона Б, связанного с алюминием, см^3;

0,00255 — масса оксида алюминия, соответствующая 1 см^3 раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/дм^3, связанного с алюминием, г/см^3;

V_1 — общий объем анализируемого раствора, см^3;

V_2 — аликвотная часть раствора, взятая на титрование, см^3;

m — масса навески пробы, г.

Вычисления производят с точностью до первого десятичного знака.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

6.2.2 Определение массовой доли оксида алюминия в пробах нефелиновой руды с содержанием оксида титана свыше 0,5 %

Метод основан на комплексонометрическом титровании суммы ионов алюминия, железа (III) и титана и пересчете их в оксиды. Отдельно определяют оксид железа и оксид титана. Содержание оксида алюминия рассчитывают по разности сумм оксидов алюминия, железа (III), титана и оксидов железа (III) и титана.

6.2.2.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы — по 6.2.1.1.

6.2.2.2 Растворы, реактивы — по 6.2.1.2.

6.2.2.3 Проведение испытания

а) Определение суммы оксидов алюминия, железа (III), титана

От солянокислого раствора, полученного после отделения кремниевой кислоты по 6.2.1.3б), отбирают пипеткой аликвотную часть 50 см^3 и переносят в коническую колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 50 см^3 воды.

К раствору прибавляют одну каплю раствора метилового оранжевого и нейтрализуют раствором аммиака до перехода окраски раствора из красной в желтую. Прибавляют по каплям соляную кислоту, разбавленную 1:1, до перехода окраски раствора из желтой в красную, затем две капли избытка.

Из бюретки добавляют 30—40 см^3 раствора трилона Б, раствор нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. Горячий раствор нейтрализуют раствором аммиака до перехода окраски раствора из красной в желтую, добавляют 20 см^3 буферного раствора и охлаждают.

К охлажденному раствору прибавляют три капли раствора ксиленолового оранжевого и избыток трилона Б оттитровывают раствором азотнокислого цинка до перехода окраски раствора из желтой в буро-красную.

б) Фотометрический метод определения оксида железа (III)

Метод основан на образовании оранжево-красного комплексного соединения двухвалентного железа с α,α′-дипиридилом (1,10-фенантролином) после восстановления трехвалентного железа в двухвалентное раствором гидрохлорида гидроксиламина.

Максимум светопоглощения окрашенного раствора соответствует длине волны 510 нм.

Аппаратура, посуда

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Колба 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1-10, 1-25 по ГОСТ 1770.

Бюретка 3-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетка 2-2-5 по ГОСТ 29169.

Пипетка 3-1-2-10 по ГОСТ 29227.

Реактивы, растворы

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 10 %, приготовление по ГОСТ 4517. Раствор применяют свежеприготовленным.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор с молярной концентрацией 2 моль/дм^3. 164 г реактива растворяют в 500 см^3 воды, объем доводят до метки водой, перемешивают, раствор фильтруют.

Железоаммонийные квасцы по технической документации, стандартные растворы с массовой концентрацией оксида железа (III) 1 мг/см^3 и 0,1 мг/см^3. Очистка препарата: 120 г железоаммонийных квасцов растворяют при нагревании в 100 см^3 воды, прибавляют при помешивании 5 см^3 серной кисло-

ты плотностью 1,84 г/см^3, 1 см^3 раствора перекиси водорода с массовой долей 30 %, горячий раствор фильтруют. Фильтрат охлаждают при перемешивании, прибавляют кристаллик квасцов. Образовавшиеся кристаллы отфильтровывают на воронке под вакуумом, промывают водой, этиловым спиртом и сушат на воздухе между листами фильтровальной бумаги.

Раствор А. 6,0397 г железоаммонийных квасцов переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в 100 см^3 воды, добавляют 30 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, доводят объем раствора до метки и перемешивают.

1см^3 раствора А содержит 1 мг оксида железа (III).

Раствор Б. 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой, перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,1 мг оксида железа (III). Раствор Б применяют свежеприготовленным.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 10 %, приготовление по ГОСТ 4517.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ Р 55878.

α, α′-дипиридил по технической документации, водно-этанольный раствор с массовой долей 0,5 %, приготовление по ГОСТ 4517 (1,10-фенантролин по технической документации, водный раствор с массовой долей 0,5 %).

Индикаторная бумага «конго» по технической документации.

Проведение испытания

От солянокислого раствора, полученного после разложения пробы и отделения кремниевой кислоты по 6.2.1.3б), отбирают аликвотную часть в соответствии с таблицей 2, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3.

Таблица 2

Массовая доля оксида железа (III), %	Разведение: объем мерной колбы, см^3/объем пипетки, см^3	Объем аликвотной части
От 0,1 до 1,0 включ.	—	10—25
Св. 1,0 » 5,0 »	—	5
» 5,0 » 10,0 »	100/10	25
» 10,0	100/10	10

Доводят объем водой до 30 см^3. Добавляют 5 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина, через минуту по каплям раствор уксуснокислого натрия до красного цвета бумаги «конго» и еще 5 см^3 избытка, 5 см^3 раствора α, α′- дипиридила (1,10-фенантролина), каждый раз перемешивая содержимое колбы. Доводят объем раствора до метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной слоя 10 мм, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 510 нм. Количество оксида железа (III) в миллиграммах находят по градуировочному графику.

Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 100 см^3 бюреткой отмеривают 1; 2; 3; 4; 5; 6 см^3 раствора Б, что соответствует 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 мг железа в пересчете на оксид железа (III). В седьмую колбу раствор Б не приливают. Раствор в каждой колбе доводят до 30 см^3 водой, добавляют по 5 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина, через одну минуту по каплям раствор уксуснокислого натрия до красного цвета бумаги «конго» и еще 5 см^3 избытка, 5 см^3 раствора α, α′- дипиридила (1,10-фенантролина), доводят раствор до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре в кювете с рабочей длиной 10 мм, учитывая, что максимум светопоглощения соответствуют длине волны 510 нм. Раствором сравнения служит раствор, в который не добавляли раствор Б.

По полученным средним значениям оптической плотности и соответствующим им массам оксида железа (III) в миллиграммах строят градуировочный график.

Обработка результатов измерений

Массовую долю оксида железа (III) X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_2 \cdot 1000} \cdot 100, \quad (2)$$

где m_1 — масса оксида железа (III), найденная по градуировочному графику, мг;

V — общий объем анализируемого раствора, см^3;

100 — объем мерной колбы, см^3;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

Для проб с массовой долей оксида железа (III) более 5 % расчет выполняют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100 \cdot V_2}{m \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot 1000} \cdot 100, \quad (3)$$

где V — общий объем анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

V_2 — объем мерной колбы, в которой проводят разведение см^3;

V_3 — объем аликвотной части раствора, взятый для разведения, см^3;

m_1 — масса оксида железа (III), найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески пробы, г.

в) Фотометрический метод определения диоксида титана

Метод основан на способности ионов титана образовывать с диантипирилметаном в солянокислой среде (pH = 0,3÷6) комплексное соединение желтого цвета. Максимум светопоглощения окрашенного раствора соответствует длине волны 380 нм.

Мешающие определению ионы железа (III) и ванадия (V) восстанавливают аскорбиновой кислотой. Для ускорения восстановления применяют катализатор — сульфат меди.

Аппаратура, посуда

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Колба 2-50-2 по ГОСТ 1770.

Бюретка 3-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетка 2-2-5 (10,15,20) по ГОСТ 29169.

Реактивы, растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота уксусная ГОСТ 61.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор с массовой долей 50 %. Готовят: 500 г натрия уксуснокислого растворяют в воде, добавляют 220 см^3 уксусной кислоты, доводят водой до 1000 см^3 и перемешивают.

Медь сернокислая по ГОСТ 4165, раствор с массовой долей 5 %; готовят по ГОСТ 4517.

Кислота аскорбиновая по технической документации, раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4517.

Диантипирилметан по технической документации, раствор с массовой долей 5 % в растворе соляной кислоты 1 моль/дм^3.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Индикаторная бумага «конго» по технической документации.

Подготовка к анализу

Приготовление раствора А массовой концентрации 0,20 мг/см^3 TiO_2.

0,200 г диоксида титана TiO_2, предварительно прокаленного при температуре 600 °С — 700 °С в течение 30—40 мин, сплавляют в платиновом тигле с 7—8 г пиросернокислого калия при температуре 900 °С — 950 °С. Тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 400 см^3, приливают 150—200 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:3, и нагревают до растворения плава. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки и перемешивают. Расплав выщелачивают водой, полученный раствор помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Приготовление раствора Б массовой концентрации 0,02 мг/см^3 TiO_2

25 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор Б применяют свежеприготовленным.

Проведение испытания

5 см^3 раствора, полученного после отделения кремниевой кислоты по 6.2.1.3б), помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доливают воду до объема 10—20 см^3, нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия по индикаторной бумаге «конго». Добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты, две капли раствора сернокислой меди, 1,5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, каждый раз перемешивая содержимое колбы. Через 5 мин приливают 7 см^3 раствора диантипирилметана, доводят объем до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют через 15 мин на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре в кювете с рабочей длиной 30 мм, учитывая, что максимум светопоглощения соответствуют длине волны 380 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Количество диоксида титана в миллиграммах находят по градуировочному графику.

Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 бюреткой отмеривают 0,5; 2,0; 5,0; 8,0 см^3 раствора Б. Что соответствует 0,01; 0,04; 0,10; 0,16 мг титана в пересчете на диоксид титана. В пятую колбу раствор Б не приливают. Растворы в каждой колбе разбавляют до 10 — 20 см^3 водой, нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия по индикаторной бумаге «конго». Добавляют 5 см^3 раствора соляной кислоты, две капли раствора сернокислой меди, 1,5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, каждый раз перемешивая содержимое колбы. Через пять минут приливают 7 см^3 раствора диантипирилметана, доводят объем до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют через 15 мин на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре в кювете с рабочей длиной 30 мм, учитывая, что максимум светопоглощения соответствуют длине волны 380 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Раствором сравнения служит раствор, в который не добавляли раствор Б. Анализ стандартных растворов повторяют не менее трех раз.

По полученным средним значениям оптической плотности и соответствующим им массам диоксида титана строят градуировочный график.

Обработка результатов измерений

Массовую долю диоксида титана X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V \cdot 1000} \cdot 100, \quad (4)$$

где m_1 — масса диоксида титана, найденная по градуировочному графику, мг;

V_1 — общий объем анализируемого раствора, см^3;

V — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

6.2.2.4 Обработка результатов измерений

Массовую долю оксида алюминия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_3 - V_4) \cdot 0{,}00255 \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V_2} - 0{,}638Y - 0{,}638Z, \quad (5)$$

где V_3 — объем раствора трилона Б, концентрации точно 0,05 моль/дм^3, добавленный в избытке, см^3;

V_4 — объем раствора азотнокислого цинка, концентрации точно 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование избытка раствора трилона Б, см^3;

0,00255 — масса оксида алюминия, соответствующая 1 см^3 раствора трилона Б концентрации 0,05 моль/дм^3, г;

V_1 — общий объем анализируемого раствора, см^3;

V_2 — объем аликвотной части раствора, взятой на титрование, см^3;

m — масса навески пробы, г;

0,638 — фактор пересчета оксида железа (III) и диоксида титана на оксид алюминия;

Y — массовая доля оксида железа (III), определенная по 6.2.2.3б), %;

Z — массовая доля диоксида титана, определенная по 6.2.2.3в), %.

6.3 Определение массовой доли влаги

6.3.1 Аппаратура

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева 105 °С — 110 °С.

Весы лабораторные специального класса точности по ГОСТ Р 53228.

Противни из неокисляющегося металла с гладкой, чистой поверхностью.

Шпатель металлический для перемешивания проб.

6.3.2 Проведение испытания

Две пробы руды массой не менее 1000 г, отобранные и подготовленные по ГОСТ 14180, помещают на предварительно взвешенные и высушенные до постоянной массы противни. Взвешивают противни с пробами (результат в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака), разравнивают пробы ровным слоем по всей поверхности противня, помещают противни с пробами в сушильный шкаф, высушивают при температуре 105 °С — 110 °С не менее двух часов до постоянной массы и охлаждают до комнатной температуры.

Масса считается постоянной, если разность результатов двух последующих взвешиваний не превышает 0,05 % от массы анализируемой навески.

6.3.3 Обработка результатов

Массовую долю влаги W, %, вычисляют по формуле

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \cdot 100, \qquad (6)$$

где m_1 — масса противня с навеской до высушивания, г;

m_2 — масса противня с навеской после высушивания, г;

m_3 — масса высушенного противня, г.

Вычисления производят с точностью до первого десятичного знака.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 % относительно среднего результата определения.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает допускаемое значение, проводят повторное определение. Если расхождение между результатами, полученными по двум навескам при первоначальных и двум навескам при повторных определениях, превышает допускаемое, то из четырех результатов отбрасывают максимальную и минимальную величины и за окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух оставшихся значений величин.

6.4 Допускается проводить определение показателей качества другими методами, не уступающими перечисленным по метрологическим характеристикам и аттестованным в установленном порядке.

При возникновении разногласий по качественным показателям нефелиновой руды применяют арбитражные испытания методами, перечисленными в 6.2 и 6.3, в согласованной сторонами лаборатории, аккредитованной в национальной системе аккредитации.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Транспортирование

7.1.1 Транспортирование нефелиновой руды осуществляют автомобильным и железнодорожным транспортом.

7.1.2 Транспортирование нефелиновой руды проводят навалом в соответствии с действующими утвержденными в установленном порядке требованиями погрузки и безопасной перевозки грузов на автомобильном, железнодорожном транспорте по ГОСТ 22235, а также в соответствии с техническими требованиями, включаемыми по согласованию предприятия-изготовителя с потребителем в контракты и договора на поставку продукции.

7.1.3 Профилактические меры против смерзания продукции и примерзания ее к стенкам и полу вагонов в зимнее время, нормы безопасной влажности, а также сроки начала и окончания применения средств профилактики должны соответствовать действующим и утвержденным в установленном порядке требованиям погрузки и безопасной перевозки грузов на железнодорожном транспорте, а также техническим требованиям, включаемым по согласованию предприятия-изготовителя с потребителем в контракты и договоры на поставку руды.

7.2 Хранение

7.2.1 Склад для хранения нефелиновой руды должен размещаться в сухом, незаболоченном и незатапливаемом месте вблизи железнодорожных погрузочных путей или автомобильных дорог.

7.2.2 Площадки, предназначенные для складирования, предварительно выравнивают и очищают. Для отвода грунтовых, дождевых и снеговых вод устраивают дренажные канавы.

7.2.3 Запрещается устраивать площадки для складов над подземными коммуникациями и сооружениями.

7.2.4 Нефелиновые руды разных типов должны храниться раздельно. При хранении руды не допускается засорение посторонними примесями.

7.2.5 При длительном хранении нефелиновых руд для предотвращения выветривания и вымывания необходимо применять меры, исключающие потери руды.

7.2.6 Складирование руд должно проводиться без послойного уплотнения.

7.2.7 Сроки хранения нефелиновой руды определяются предприятием в зависимости от типа руды и ее способности изменять свойства от соприкосновения с атмосферой.

8 Гарантии изготовителя

8.1 Изготовитель должен гарантировать соответствие продукции требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

8.2 Гарантийный срок хранения руды устанавливают в нормативных документах предприятия.

Приложение А
(справочное)

Массовая доля оксида алюминия в нефелиновой руде на месторождениях Российской Федерации

Таблица А.1

Экономический район	Месторождение	Тип руды (виды горных пород)	Массовая доля оксида алюминия, %
Западная Сибирь	Кия-Шалтырское	1 (уртиты)	24,0—29,3 (27,68*)
Восточная Сибирь	Баянкольское	1 (уртиты, ийолит-уртиты)	24,0—28,0 (26,52*)
	Горячегорское	2 (полевошпатовые ийолиты, полевошпатовые уртиты)	18,0—25,0 (22,45*)
* Среднее значение по месторождению.			

Библиография

[1] Петрографический кодекс России. Магматические, метаморфические, метасоматические, импактные образования. Издание 3-е. 2009 г. Приложение 1, таблицы 4, 10

УДК 622.349.2:006.354 ОКС 73.060.40

Ключевые слова: руды нефелиновые необогащенные, месторождение, полезное ископаемое, типы руд, область применения, массовая доля оксида алюминия и влаги, правила приемки, методы испытаний, транспортирование, хранение

БЗ 9—2018/42

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 13.09.2018. Подписано в печать 18.09.2018. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

gost.e-ecolog.ru