ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 25702.0-83— ГОСТ 25702.18-83

Издание официальное

МОСКВА — 1994

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.349.3:15:543.42:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Спектральные методы определения окисей алюминия, бария, железа, кальция, кремния, магния, ниобия, тантала, титана, циркония и хрома

Raremetallic concentrates.
Spectral methods of the determination of alumina, barium, iron, calcium, silicon, magnium, niobium, tantalium, titanium, zirconium and chromium oxide

ГОСТ
25702.18—83*
Взамен
ГОСТ 22939.1—78

ОКСТУ 1760

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 апреля 1983 г. № 1614 срок введения установлен

с 01.07.84

Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.88 № 3364 срок действия продлен до 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты и устанавливает спектральные методы определения элементов (в пересчете на окиси):

спектральный метод, основанный на возбуждении спектров анализируемых концентратов в дуге переменного тока, для определения алюминия, кремния (при массовой доле от 0,5 до 6 %) и хрома (от 0,1 до 3 %) в ильменитовом концентрате: алюминия (от 0,2 до 3 %), железа (от 0,5 до 4 %), кремния (от 0,3 до 3 %) и циркония (от 0,3 до 2,5 %) в рутиловом концентрате; алюминия, железа, кремния (от 0,05 до 3 %) и бария (от 0,02 до 12 %) в целестиновом концентрате (при массовой доле окиси стронция не менее 45 %); алюминия (от 0,2 до 3 %), железа (от 0,02 до 0,3 %), кальция (от 0,02 до 0,3 %), магния (от 0,02 до 0,3 %) и титана (от 0,1 до 1,5 %) в цирконовом концентрате;

спектральный метод (с индукционной плазмой в качестве источника возбуждения спектров) для определения железа (при массовой доле от 0,5 до 2 %), ниобия (от 6 до 9 %), тантала (от 0,5 до 0,7 %) и титана (от 35 до 40 %) в лопаритовом концентрате.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (май 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89).*

1 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1 1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 25702.0—83.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКИСЕЙ АЛЮМИНИЯ, КРЕМНИЯ И ХРОМА В ИЛЬМЕНИТОВОМ КОНЦЕНТРАТЕ

2.1. **Аппаратура, материалы и реактивы**

Весы аналитические.

Весы торсионные.

Весы технические.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000 °С.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру до 150 °С.

Плитка электрическая.

Баня водяная.

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 с решеткой 600 нтр/мм или ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели.

Генератор дуговой переменного тока типа ДГ-2 с дополнительным реостатом, обеспечивающий силу тока не менее 20А.

Микрофотометр нерегистрирующий типа МФ-2.

Спектропроектор типа ПС-18.

Тигли фарфоровые.

Станок для заточки угольных электродов.

Ступки с пестиками (агатовые, яшмовые и из оргстекла).

Чашки фарфоровые.

Электроды, выточенные из углей марки С-3, с кратером диаметром 1,3 мм, глубиной 2 мм, высотой заточенной части 12 мм, внешним диаметром заточенной части 3,0 мм.

Эксикатор.

Фотопластинки спектральные типа II чувствительностью 15 ед или аналогичные, обеспечивающие нормальные почернения фотометрируемых линий в спектрах.

Угли спектральные марки С-3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Алюминия окись безводная.

Барий углекислый по ГОСТ 4158—80.

Графит порошковый по ГОСТ 23463—79, ос. ч.

Железа окись по ГОСТ 4173—77.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Кобальт марки К-0 по ГОСТ 123—78.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Натрий сернистокислый (сульфит натрия) безводный по ГОСТ 195—77.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 244—76.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79 или натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84—76.

Титана двуокись марки ОС.Ч. 6—2.

Хрома окись марки ОХМ-0 металлургическая по ГОСТ 2912—79.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74.

Фенидон (1-фенилпиразолидон).

Проявитель; готовят следующим образом: 80 г сернистокислого натрия безводного, 20 г гидрохинона, 80 г углекислого натрия безводного или 216 г кристаллического, 5 г бромистого калия, 1 г фенидона последовательно растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1000 см^3, перемешивают и фильтруют; перед проявлением приготовленный раствор разбавляют водой в соотношении 1:3.

Фиксаж; готовят следующим образом: 250 г серноватистокислого натрия, 25 г сернистокислого натрия безводного, 50 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:9, последовательно растворяют в 750—800 см^3 воды и доводят объем раствора водой до 1000 см^3 и перемешивают.

Допускается применять проявитель и фиксаж, рекомендованные для применяемых фотопластинок.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. **Подготовка к анализу**

2.2.1. Приготовление образцов сравнения

2.2.1.1. Основу для образцов сравнения (ОС) готовят следующим образом: 40 г двуокиси титана и 20 г окиси железа тщательно перемешивают в агатовой или яшмовой ступке в течение 5 ч, периодически добавляя спирт для поддержания смеси в кашицеобразном состоянии. Затем смесь переносят в фарфоровую чашку, высушивают в сушильном шкафу при 110—120 °С, прокаливают в муфельной печи при температуре 950—1000 °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и растирают в ступке в течение 30 мин.

2.2.1.2. Головной образец сравнения (ГОС), содержащий по 12% окиси алюминия и двуокиси кремния и 6% окиси хрома, го-

товят следующим образом: 1,8 г окиси алюминия, 1,8 г двуокиси кремния, 0,9 окиси хрома и 10,5 г основы тщательно растирают в ступке в присутствии небольшого количества спирта в течение 2 ч. Смесь переносят в фарфоровую чашку, высушивают в сушильном шкафу при 110—120 °С и прокаливают в муфельной печи при 950—1000 °С в течение 2 ч, охлаждают до комнатной температуры и вновь растирают в ступке в течение 30 мин.

Остальные образцы сравнения (ОС) готовят последовательным разбавлением ГОС, а затем каждого последующего образца основой (п. 2.2.2.1). Массовая доля определяемых примесей и вводимые навески основы и разбавляемого образца указаны в табл. 1. При разбавлении производят растирание в ступке, сушку и прокаливание, как указано выше для головного образца сравнения (ГОС) Все исходные окислы предварительно прокаливают в фарфоровых тиглях в муфельной печи при 900 °С до постоянной массы и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры; вспомогательные приспособления (ступки, пестики, шпатели и т. п.) протирают спиртом.

Таблица 1

Образец сравнения	Массовая доля окисей, %		Масса, г	
	алюминия и кремния	хрома	основы	разбавляемого образца сравнения
ОС-1	6,0	3,0	14	14 (ГОС)
ОС-2	4,0	2,0	8	16 (ОС-1)
ОС-3	2,0	1,0	11	11 (ОС-2)
ОС-4	1,0	0,5	10	10 (ОС-3)
ОС-5	0,5	0,25	8	8 (ОС-4)
ОС-6	0,2	0,1	7,5	5 (ОС-5)

2.2.2. Приготовление буферной смеси

2.2.2.1. Вначале готовят графитовый порошок с окисью кобальта. Для этого навеску металлического кобальта массой 0,012 г помещают в стакан вместимостью 50 см^3, приливают 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, добавляют воды и кипятят на электрической плитке до удаления окислов азота. Затем в фарфоровую чашку помещают 6 г графитового порошка, переносят в нее полученный раствор кобальта, упаривают на водяной бане почти досуха при тщательном перемешивании и охлаждают. Смачивают водой и опять упаривают почти досуха. Смачивание водой и упаривание производят еще 2—3 раза, затем сушат на плитке до полного удаления окислов азота. После охлаждения полученную смесь растирают в течение 3 ч.

Просушивают углекислый барий 2 ч при 150 °С и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры. Навеску углекислого бария массой 4 и 6 г смеси графитового порошка с окисью кобальта помещают в агатовую ступку и перетирают в течение 3 ч. Готовую буферную смесь хранят в эксикаторе.

2.3. **Проведение анализа**

2.3.1. Навеску прокаленного в течение 10 мин при 700—800 °С концентрата или образца сравнения (ОС) массой 30 мг смешивают с навеской буферной смеси массой 150 мг в течение 10 мин и плотно набивают в кратеры четырех электродов. Между электродами зажигают дугу переменного тока без применения активизатора (разведением предварительно сомкнутых концов электродов). Ток дуги — 10 А, время экспозиции — 100 с, расстояние между электродами поддерживают равным 2 мм. Спектры фотографируют в области длин волн 230,0—330,0 нм; ширина щели спектрографа 0,015 мм.

Спектры каждой пробы и каждого образца сравнения (ОС) фотографируют по два раза. Фотопластинки проявляют при температуре 18—20 °С, промывают водой, фиксируют, промывают в проточной воде 15 мин и сушат.

2.3.2. В каждой спектрограмме измеряют почернения аналитической линии $S_{ан}$ определяемого элемента и линии элемента сравнения $S_{ср}$ (см. табл. 2) и вычисляют их разность $\Delta S = S_{ан} - S_{ср}$. По значениям ΔS_1 и ΔS_2, полученным по двум спектрограммам для каждого образца, вычисляют среднее арифметическое $\overline{\Delta S}$.

Таблица 2

Определяемый элемент	Длина волны фотометрируемой линии, нм	Элемент сравнения	Длина волны фотометрируемой линии, нм	Массовая доля определяемой окиси, %
Алюминий	265,249	Кобальт	243,666	От 0,5 до 6,0
	257,510		252,136	» 0,5 » 2,5
Кремний	243,516		243,666	» 0,5 » 6,0
Хром	266,871		243,666	» 0,7 » 3
	266,716		252,136	» 0,1 » 1,5

Используя полученные значения $\overline{\Delta S}$ для образцов сравнения строят градуировочный график в координатах $\overline{\Delta S}$, lg C, где C — массовая доля определяемой примеси в образце сравнения в процентах.

По значениям $\overline{\Delta S}$ той же аналитической пары, полученным для спектров анализируемого концентрата, находят по градуировочно-

му графику массовую долю определяемой примеси C_1— результат одного определения в процентах.

2.3.3. Ход анализа повторяют по пп. 2.3.1 и 2.3.2 и получают величину C_2 — результат второго определения.

2.4. **Обработка результатов**

2.4.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух определений.

2.4.2. Расхождения (разность) между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля окиси алюминия, двуокиси кремния и окиси хрома, %	Допускаемое расхождение, %, для		
	окиси алюминия	двуокиси кремния	окиси хрома
0,10	—	—	0,05
0,50	0,11	0,10	0,12
2,00	0,45	0,40	0,45
3,00	0,70	0,60	0,65
6,00	1,3	1,1	—

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКИСЕЙ АЛЮМИНИЯ, ЖЕЛЕЗА, КРЕМНИЯ И ЦИРКОНИЯ В РУТИЛОВОМ КОНЦЕНТРАТЕ

3.1. **Аппаратура, материалы и реактивы**

Весы аналитические.

Весы торсионные.

Весы технические.

Печь электрическая муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1200 °С.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру 150 °С.

Спектрограф кварцевый типа ИСП-30 с трехлинзовой системой освещения щели.

Спектропроектор типа ПС-18.

Генератор дуговой переменного тока типа ДГ-2 с дополнительным реостатом, обеспечивающий силу тока не менее 20А.

Микрофотометр нерегистрирующий типа МФ-2.

Графит порошковый по ГОСТ 23463—79, ос. ч.

Станок для заточки угольных электродов.

Ступки с пестиками (яшмовые, агатовые и из оргстекла).

Угли графитированные для спектрального анализа марки ОС. Ч. 7—3.

Электроды, выточенные из углей марки ОС.Ч.7—3 с кратером диаметром 1,3 мм, глубиной 4 мм, высотой заточенной части 10 мм, внешним диаметром заточенной части 2,8 мм.

Фотопластинки «микро», чувствительностью 65 ед. или аналогичные им.

Чашка кварцевая.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:9.

Алюминия окись безводная.

Железа окись по ГОСТ 4173—77.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Кобальт марки К-0 по ГОСТ 123—78.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Литий фтористый, ос. ч.

Магний фтористый, чистый для монокристаллов по НТД.

Натрий сернистокислый (сульфит натрия) безводный по ГОСТ 195—77.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 244—76.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79 или натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84—76.

Титана двуокись марки ОС.Ч. 6—2 рутильной формы.

Циркония двуокись марки ОС.Ч. 7—3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74.

Фенидон (1—фенилпирозалидон).

Проявитель; готовят следующим образом: 80 г сернистокислого натрия безводного, 20 г гидрохинона, 80 г углекислого натрия безводного или 216 г кристаллического, 5 г бромистого калия, 1 г фенидона растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1000 $см^3$, перемешивают и фильтруют; перед проявлением приготовленный раствор разбавляют водой в соотношении 1:3.

Фиксаж; готовят следующим образом: 250 г серноватистокислого натрия, 25 г сернистокислого натрия безводного, 50 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:9, растворяют в воде, доводят объем водой до 1000 $см^3$ и перемешивают.

3.2. **Подготовка к анализу**

3.2.1. Приготовление образцов сравнения

3.2.1.1. Головной образец сравнения, содержащий по 18 % окиси алюминия и двуокиси циркония и по 24 % двуокиси кремния и

окиси железа, готовят следующим образом: 360 мг окиси алюминия, 360 мг двуокиси циркония, 480 мг двуокиси кремния, 480 мг окиси железа и 320 мг двуокиси титана перетирают в агатовой или яшмовой ступке в присутствии спирта в течение 3 ч. Спирт выжигают, смесь переносят в кварцевую чашку, прокаливают в муфельной печи при температуре 1000 °С в течение 1 ч и вновь тщательно растирают в ступке в течение 30 мин.

3.2.1.2. Остальные образцы сравнения готовят последовательным разбавлением головного образца сравнения, а затем каждого последующего образца основой — двуокисью титана. Содержание определяемых примесей и вводимые навески основы и разбавляемого образца указаны в табл. 4. При разбавлении производят растирание в ступке, сушку и прокаливание, как указано выше головного образца сравнения. Все исходные окислы предварительно прокаливают в фарфоровых тиглях в муфельной печи при 900 °С до постоянной массы и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

Таблица 4

Образец сравнения	Массовая доля, %, окисей		Масса, г	
	алюминия и циркония	железа и кремния	основы	разбавляемого образца сравнения
ОС-1	4,5	6,0	5,25	1,75 (ГОС)
ОС-2	3,0	4,0	2	4 (ОС-1)
ОС-3	1,2	1,6	3,6	2,4 (ОС-2)
ОС-4	0,6	0,8	3	3 (ОС-3)
ОС-5	0,3	0,4	3	3 (ОС-4)
ОС-6	0,15	0,2	2	2 (ОС-6)

3.2.2. Приготовление буферной смеси

3.2.2.1. Буферную смесь, состоящую из графитового порошка, содержащего 0,4 % кобальта, и смеси (1:1) фтористого лития и фтористого магния, готовят следующим образом: навеску кобальта массой 0,08 г растворяют при нагревании в 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Полученный раствор кипятят до удаления окислов азота. В кварцевую чашку помещают 20 г графитового порошка, переносят в нее полученный раствор кобальта, содержимое чашки упаривают на водяной бане почти досуха при тщательном перемешивании. Осадок со стенок смывают водой и снова упаривают досуха, повторяя эту операцию 2—3 раза; после этого осадок отделяют от стенок чашки и прокаливают при 300—400 °С в течение 15—20 мин. Навеску приготовленного графитового порошка массой 18 г и 0 8 г смеси, приготовленной из 0,5 г фторис-

того лития и 0,5 г фтористого магния, помещают в ступку и тщательно перетирают в течение 1 ч.

3.3. **Проведение анализа**

3.3.1. Все вспомогательные приспособления (лодочку весов, ступки, пестики, штатив спектрографа) предварительно протирают этиловым спиртом.

Навеску концентрата или образца сравнения массой 20 мг смешивают с 190 г буферной смеси, растирают в ступке в присутствии этилового спирта в течение 10 мин, затем спирт выжигают. Полученной смесью плотно набивают кратеры четырех заточенных угольных электродов. Торцы электродов затирают анализируемой смесью до получения блестящей поверхности. Спектры каждой анализируемой пробы и каждого образца сравнения фотографируют по два раза при ширине щели 0,015 мм. При фотографировании спектров электроды устанавливают попарно вертикально в зажиме держателей. Дугу переменного тока зажигают без применения активизатора разведением концов электродов.

Силу тока дуги, равную 12 А, и дуговой промежуток (2 мм) во время горения дуги поддерживают постоянными. Время экспозиции — 60 с.

3.3.2. Фотопластинки проявляют при температуре 18—20 °С, промывают водой, фиксируют, вновь промывают в проточной воде 15 мин и сушат.

3.3.3. В каждой спектрограмме измеряют почернения аналитической линии $S_{ан}$ определяемого элемента и линии элемента сравнения $S_{ср}$ (см. табл. 5) и вычисляют их разность $\Delta S = S_{ан} - S_{ср}$.

Таблица 5

Определяемый элемент	Длина волны фотометрируемой линии, нм	Элемент сравнения	Длина волны фотометрируемой линии, нм
Алюминий	257,51	Кобальт	262,99
Железо	259,84	»	258,03
Кремний	251,43	»	258,03
Цирконий	257,13	Титан	257,26

По значениям ΔS_1 и ΔS_2, полученным по двум спектрограммам для каждого образца, вычисляют среднее арифметическое $\overline{\Delta S}$. Используя полученные значения $\overline{\Delta S}$ для образцов сравнения, строят градуировочный график в координатах $\overline{\Delta S}$, lg C, где C — массовая доля определяемой примеси в образце сравнения в процентах.

По значениям ΔS той же аналитической пары, полученным для спектров анализируемых проб, находят по графику массовую долю определяемой примеси C_1 — результат одного определения в процентах.

3.3.4. Ход анализа повторяют по пп. 3.3.1—3.3.3 и получают величину C_2 — результат второго определения.

3.4. **Обработка результатов**

3.4.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух определений.

3.4.2. Расхождения (разность) между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 6.

Таблица 6

Определяемая примесь	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение, %
Окись алюминия	0,20	0,08
	0,60	0,25
	3,00	1,25
Окись железа	0,50	0,14
	3,00	0,85
	4,00	1,13
Двуокись кремния	0,30	0,08
	0,50	0,13
	1,50	0,25
	3,00	0,75
Двуокись циркония	0,30	0,11
	1,00	0,23
	2,50	0,93

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКИСЕЙ АЛЮМИНИЯ, БАРИЯ, ЖЕЛЕЗА И КРЕМНИЯ В ЦЕЛЕСТИНОВОМ КОНЦЕНТРАТЕ

4.1. **Аппаратура, материалы и реактивы**

Весы аналитические.

Весы торсионные.

Весы технические.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000 °С.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру 150 °С.

Спектрограф дифракционный типа ДФС-8 с решеткой 600 штр/мм, с трехлинзовой системой освещения щели.

Спектропроектор типа ПС-18.

Генератор дуговой переменного тока типа ДГ-2 с дополнительным реостатом для работы при токах до 20 А.

Микрофотометр нерегистрирующий типа МФ-2.

Лампа инфракрасная типа ИКЗ-500 с терморегулятором напряжения РНО-250—0,5.

Фотопластинки спектральные типа 3, обеспечивающие нормальное почернение аналитических линий и фона в спектре.

Угли спектральные марки С-3.

Электроды, выточенные из углей марки С-3, с диаметром кратера 1,3 мм, глубиной 5,0 мм, высотой заточенной части 8,0 мм, внешним диаметром заточенной части 2,6 мм.

Станок для заточки угольных электродов с набором фрез специального изготовления.

Ступки с пестиком агатовые, яшмовые и из оргстекла.

Стержень металлический для заполнения электродов.

Алюминия окись, безводная.

Эксикатор.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Барий углекислый по ГОСТ 4158—80.

Графит порошковый по ГОСТ 23463—79 ос. ч.

Железа окись по ГОСТ 4173—77.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат) по ГОСТ 244—76.

Стронций сернокислый, содержащий не более 0,02 % окиси бария.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Проявитель по ГОСТ 10691.1—84.

Фиксаж; готовят следующим образом: 300 г тиосульфата натрия и 20 г хлористого аммония растворяют соответственно в 700 и 200 $см^3$ воды, сливают полученные растворы вместе и доводят объем водой до 1000 $см^3$ и перемешивают.

Допускается использовать проявитель и фиксаж, рекомендованные для применяемых фотопластинок.

4.2. **Подготовка к анализу**

4.2.1. Все вспомогательные приспособления (ступки, пестики, шпатели и т. п.) протирают спиртом.

Все исходные окислы прокаливают в фарфоровых тиглях в муфельной печи при 900 °С до постоянной массы и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

Углекислый барий и сернокислый стронций сушат в сушильном шкафу при 150 °С до постоянной массы и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

4.2.2. Приготовление образцов сравнения

Образцы сравнения готовят на основе сернокислого стронция. Головной образец сравнения, содержащий по 3,0 % окиси алюминия, двуокиси кремния, окиси железа и 12,0 % окиси бария, готовят следующим образом: 0,12 г окиси алюминия, 0,12 г двуокиси кремния, 0,12 г окиси железа, 0,62 г углекислого бария и 3,02 г сернокислого стронция тщательно растирают в агатовой или яшмовой ступке в течение 2 ч, добавляя спирт для поддержания смеси в кашицеобразном состоянии. Смесь просушивают под инфракрасной лампой до постоянной массы.

Остальные образцы сравнения готовят последовательным разбавлением головного образца сравнения, а затем каждого последующего образца основой.

Массовые доли определяемых примесей, массы навесок основы и разбавляемого образца указаны в табл. 7.

Таблица 7

Образец сравнения	Массовая доля, %, окисей					Масса разбавляемого образца сравнения, г
	алюминия	бария	кремния	железа	основы	
ОС-1	1,0	4,0	1,0	1,0	4,0	2,0 (ГОС)
ОС-2	0,3	1,2	0,3	0,3	4,2	1,8 (ОС-1)
ОС-3	0,1	0,4	0,1	0,1	4,0	2,0 (ОС-2)
ОС-4	0,03	0,12	0,03	0,03	4,2	1,8 (ОС-3)
ОС-5	—	0,04	—	—	4,0	2,0 (ОС-4)
ОС-6	—	0,02	—	—	2,0	2,0 (ОС-5)

При разбавлении производят перетирание и высушивание, как указано выше для головного образца сравнения.

Образцы сравнения хранят в полиэтиленовых банках с крышками из полиэтилена.

4.3 **Проведение анализа**

4.3.1. Перед взятием навески анализируемый концентрат сушат в сушильном шкафу при 100—110 °С до постоянной массы и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

Навеску концентрата, а также каждого образца сравнения массой 50 мг смешивают в ступке с 100 мг графитового порошка в течение 10 мин.

Полученную смесь высыпают на лист кальки и многократным погружением каждого из четырех электродов с помощью стержня плотно заполняют их кратеры.

Электроды попарно устанавливают в штатив в вертикальном положении, кратерами навстречу друг другу. Между электродами зажигают дугу переменного тока без применения активизатора (разведением предварительно сомкнутых концов электродов) и фотографируют спектры двух пар электродов.

Расстояние между электродами — 3 мм.

Сила тока — 13 А, время экспозиции — 105 с.

Спектры в области длин волн 210—310 нм фотографируют с помощью спектрографа.

Ширина щели спектрографа 0,015 мм.

Экспонированные фотопластинки проявляют, промывают водой, фиксируют, промывают в проточной воде 15 мин и сушат.

4.3.2. На микрофотометре в каждой спектрограмме измеряют почернение аналитической линии определяемого элемента $S_{ан}$ (см. табл. 8) и близлежащего фона $S_ф$ и вычисляют их разность $\Delta S = S_{ан} - S_ф$.

По двум значениям ΔS_1 и ΔS_2, полученным по двум спектрограммам, снятым для каждого образца на одной фотопластинке, находят среднее арифметическое $\overline{\Delta S}$. По полученным значениям находят значение $\lg \frac{I_л}{I_ф}$ по обязательному приложению ГОСТ 13637.1—77.

Таблица 8

Определяемый элемент	Длина волны, нм	Массовая доля определяемой окиси, %
Алюминий	266,04	От 0,05 до 3,0
Барий	233,52	» 0,02 » 0,5
	263,48	» 0,1 » 12
	277,14	» 0,3 » 12
Железо	280,45	» 0,05 » 3,0
Кремний	298,76	» 0,05 » 3,0

4.3.3. Используя полученные значения $\lg \frac{I_л}{I_ф}$ и $\lg C$ для образцов сравнения, строят градуировочный график в координатах $\lg \frac{I_л}{I_ф}$, $\lg C$, где C — массовая доля определяемой окиси элемента в образце сравнения в процентах.

4.3.4. При построении градуировочного графика вносят поправку на значение массовой доли определяемого элемента в основе образца сравнения. Внесение поправки допустимо лишь при условии, что это значение не превышает установленной нижней границы определяемых массовых долей для соответствующего метода.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3.5. Используя значения $\lg \frac{I_л}{I_ф}$ для анализируемого концентрата, по градуировочному графику находят массовую долю определяемых окисей элементов C — результат анализа в процентах.

4.4. **Обработка результатов**

Расхождения (разность) между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 9.

Таблица 9

Массовая доля окиси алюминия, окиси бария, окиси железа и двуокиси кремния, %	Допускаемое расхождение, %, для			
	окиси алюминия	окиси бария	окиси железа	двуокиси кремния
0,020	—	0,005	—	—
0,05	0,01	0,01	0,01	0,01
0,200	0,045	0,040	0,045	0,040
1,00	0,25	0,20	0,20	0,20
3,00	0,65	0,60	0,60	0,70
6,0	—	1,2	—	—
12,0	—	2,4	—	—

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКИСЕЙ АЛЮМИНИЯ, ЖЕЛЕЗА, КАЛЬЦИЯ, МАГНИЯ И ТИТАНА В ЦИРКОНОВОМ КОНЦЕНТРАТЕ

5.1. **Аппаратура, материалы и реактивы**

Весы аналитические.

Весы торсионные.

Весы технические.

Печь электрическая муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000 °С.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру 150 °С.

Спектрограф дифракционный типа ДФС-13 с решеткой 600 штр/мм, с трехлинзовой системой освещения щели.

Спектропроектор типа ПС-18.

Микрофотометр регистрирующий типа МФ-2.

Генератор дуги переменного тока типа ДГ-2 с дополнительным реостатом, обеспечивающий силу тока не менее 20 А.

Ослабитель трехступенчатый с пропускаемостью ступеней 100, 60 и 10 %.

Станок для заточки угольных электродов.

Чашка кварцевая.

Угли спектральные марки С-3 диаметром 6 мм.

Электроды, выточенные из углей марки С-3; верхний заточен на усеченный конус диаметром 3 мм и высотой 12 мм, нижний — с кратером диаметром и глубиной 3 мм.

Ступка с пестиком из оргстекла.

Фотопластинки СП-1 чувствительностью 5—6 и СП-II чувствительностью 15—20 или аналогичные, обеспечивающие нормальные почернения фотометрируемых линий.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:9.

Алюминия окись безводная.

Ванадия пятиокись.

Железа окись по ГОСТ 4173—77.

Калий бромистый по ГОСТ 4160—74.

Кальция окись по ГОСТ 8677—76.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Магния окись по ГОСТ 4526—75.

Меди окись по ГОСТ 16539—79.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 244—76.

Натрий сернистокислый (сульфит натрия) безводный по ГОСТ 195—77.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79 или натрий углекислый кристаллический по ГОСТ 84—76.

Титана двуокись марки ОС.Ч 6—2.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—87.

Циркония двуокись марки ОС.Ч. 7—3.

Гидрохинон (парадиоксибензол) по ГОСТ 19627—74.

Графит порошковый по ГОСТ 23463—79, ос. ч.

Фенидон (1—фенилпиразолидон).

Циркония двуокись марки ОС.Ч. 7—3.

Проявитель; готовят следующим образом: 80 г сернистокислого натрия безводного, 20 г гидрохинона, 80 г углекислого натрия безводного или 216 г кристаллического, 5 г бромистого калия, 1,0 г фенидона растворяют в воде; если раствор мутный, то его фильтруют, доливают водой до 1000 $см^3$. Перед проявлением приготовленный раствор разбавляют водой в соотношении 1:3.

Фиксаж; готовят следующим образом: 250 г серноватистокислого натрия, 25 г сернистокислого натрия безводного, 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:9, последовательно растворяют в 750—800 см³ воды и доводят объем раствора водой до 1000 см³.

Допускается применять проявитель и фиксаж, рекомендованные для применения фотопластинок.

5.2. **Подготовка к анализу**

5.2.1. Приготовление образцов сравнения

5.2.1.1. Основу для образцов сравнения готовят следующим образом: 18 г двуокиси циркония и 9 г двуокиси кремния, предварительно прокаленных до постоянной массы при температуре 900—1000 °С в течение 1 ч, охлаждают до комнатной температуры, тщательно перемешивают и растирают ручным или механическим способом.

5.2.1.2. Головной образец сравнения готовят следующим образом: 4,6 г основы, 3,0 г окиси алюминия, 0,3 г окиси кальция, 0,3 г окиси магния и 1,5 г двуокиси титана, предварительно прокаленных до постоянной массы при температуре 900—1000 °С, и 0,3 г окиси железа, предварительно прокаленной до постоянной массы при температуре 900 °С, тщательно перемешивают с добавлением этилового спирта до получения кашицеобразного состояния смеси и растирают в ступке из оргстекла в течение 90 мин до удаления спирта.

Все вспомогательные приспособления (лодочку весов, пестики, ступки, шпатели) протирают спиртом.

5.2.1.3. Остальные образцы сравнения готовят последовательным разбавлением головного образца сравнения, а затем каждого последующего образца основой. Массовые доли определяемых примесей и вводимые навески основы и разбавляемого образца указаны в табл. 10. При разбавлении производят растирание в ступке, сушку и прокаливание, как указано выше для головного образца сравнения.

Таблица 10

Образец сравнения	Массовая доля, %, окиси			Масса, г	
	алюминия	железа, магния, кальция	титана	основы	разбавляемого образца сравнения
ОС-1	3,0	0,3	1,5	9	1 (ГОС)
ОС-2	2,0	0,2	1,0	3	6 (ОС-1)
ОС-3	1,0	0,1	0,5	5	5 (ОС-2)
ОС-4	0,5	0,05	0,25	5	5 (ОС-3)
ОС-5	0,2	0,02	0,1	4	6 (ОС-4)

5.2.2. Приготовление буферной смеси

5.2.2.1. 5,0 г окиси меди и 1,0 г пятиокиси ванадия, предварительно тщательно растертых и просушенных до постоянной массы при 105—110 °С, смешивают до получения однородной массы с 94 г графитового порошка в ступке.

Полученную смесь добавляют к 900 г графитового порошка, тщательно перемешивают и растирают ручным или механическим способом.

Образцы сравнения и буферную смесь хранят в закрытых стеклянных или полиэтиленовых банках.

5.3. **Проведение анализа**

5.3.1. Навеску концентрата или образца сравнения массой 150 мг смешивают в ступке с навеской буферной смеси массой 150 мг в течение 5 мин. Полученную смесь плотно набивают в кратеры двух электродов неоднократным погружением в порошок смеси. Избыток пробы с края электрода убирают шпателем.

Электроды (нижний — с пробой или образцом сравнения и верхний, заточенный на конус) устанавливают вертикально в зажимах держателя. Дугу переменного тока зажигают без применения активизатора (разведением предварительно сомкнутых электродов). Сила тока — 18 А, время экспозиции — 30 с, расстояние между электродами поддерживают равным 2 мм.

Спектры каждой навески анализируемого концентрата и каждого образца сравнения фотографируют по два раза через трехступенчатый ослабитель. Ширина щели спектрографа — 0,015 мм. Устанавливают область длин волн 240—340 нм: в коротковолновую область спектра помещают фотопластинку типа II, в длинноволновую — фотопластинку типа I.

Фотопластинки проявляют при температуре 18—20 °С, промывают водой, фиксируют, промывают водой 15 мин и сушат.

5.3.2. В каждой спектрограмме измеряют почернения аналитической линии $S_{ан}$ и линии сравнения $S_{ср}$ (см. табл. 11) по одной и той же ступеньке ослабителя для всех образцов сравнения и навесок анализируемого концентрата и вычисляют разность почернений $\Delta S = S_{ан} - S_{ср}$. Ступеньку ослабителя выбирают так, чтобы почернения фотометрируемых линий были в области нормальных почернений во всем диапазоне определяемых массовых долей.

По двум значениям ΔS_1 и ΔS_2, полученным по двум спектрограммам для каждого образца, находят среднее арифметическое $\overline{\Delta S}$.

5.3.3. По значениям $\overline{\Delta S}$ и $\lg C$ для образцов сравнения строят градуировочный график в координатах ΔS, $\lg C$, где C — массовая доля определяемой окиси в процентах. Массовую долю опре-

деляемой примеси в анализируемом концентрате находят по этому графику по значению $\overline{\Delta S}$ для концентрата. Полученное значение C_1 есть результат одного определения в процентах.

5.3.4. Ход анализа повторяют по пп. 5.3.1—5.3.3 и получают C_2 — результат второго определения.

Таблица 11

Определяемый элемент	Длина волны фотометрируемой линии, нм	Элемент сравнения	Длина волны фотометрируемой линии, нм
Железо	299,95	Медь	301,08
Титан	318,64	Ванадий	318,54
Алюминий	265,24	Медь	282,43
Кальций	317,93	Ванадий	318,54
Магний	278,14	Медь	301,08

5.4. Обработка результатов

5.4.1. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух определений.

5.4.2. Расхождения (разность) между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 12.

Таблица 12

Определяемая примесь	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение, %
Окись железа	0,020	0,007
	0,09	0,03
	0,3	0,1
Двуокись титана	0,10	0,04
	0,30	0,11
	1,50	0,55
Окись алюминия	0,20	0,06
	1,80	0,45
	3,00	0,75
Окись кальция	0,020	0,006
	0,10	0,03
	0,30	0,09
Окись магния	0,020	0,006
	0,10	0,03
	0,30	0,09

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6 СПЕКТРАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА, НИОБИЯ, ТАНТАЛА И ТИТАНА В ЛОПАРИТОВОМ КОНЦЕНТРАТЕ

Метод основан на зависимости интенсивности аналитической линии определяемого элемента от его концентрации в растворе анализируемой пробы, распыляемом в аргоновую плазму индукционного высокочастотного разряда.

6.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрально-аналитический комплекс, состоящий из высокочастотного генератора (27,12 МГц) с максимальной мощностью не менее 1,5 кВт, плазменной горелки с распылительной системой, квантометра (полихроматора) и монохроматора с обратной линейной дисперсией не хуже 0,5 нм/мм, с фотоэлектрической регистрацией интенсивности излучения, управляющей ЭВМ, дисплея и печатающего устройства.

Весы аналитические ВЛР-200 г или аналогичные.

Весы технические ВПТ-1 или аналогичные.

Плитка электрическая.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру 1000 °С.

Чашки платиновые вместимостью 50 см^3.

Тигли стеклоуглеродные вместимостью 50 см^3.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 250, 1000 см^3.

Колба коническая вместимостью 100 см^3.

Пипетки с делениями вместимостью 1, 2, 5, 10 см^3.

Пипетки без делений вместимостью 5, 10, 25 см^3.

Цилиндры мерные вместимостью 50, 100, 500 см^3.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 150, 1000 см^3.

Воронки стеклянные.

Аргон по ГОСТ 10157—79.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и раствор с молярной концентрацией 6 моль/дм^3.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78.

Литий тетраборнокислый по ТУ 6—09—4511—77.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Пятиокись ниобия по ГОСТ 23620—79.

Пятиокись тантала по ТУ 6—09—20108—77, ос. ч. 7—3.

Двуокись титана по ТУ 6—09—3811—74, ос. ч. 5—2.

Железо металлическое восстановленное с массовой долей основного вещества не менее 99,9 %.

Раствор для выщелачивания с молярной концентрацией серной кислоты 2 моль/дм^3 и массовой концентрацией перекиси водорода 50 г/дм^3, готовят следующим образом: к 365 см^3 воды приливают при перемешивании 55 см^3 серной кислоты, 80 см^3 перекиси водорода и перемешивают.

Раствор для разбавления с молярной концентрацией серной кислоты, 1 моль/дм^3 и массовой концентрацией перекиси водорода 30 г/дм^3 готовят следующим образом: к 845 см^3 воды при постоянном перемешивании приливают 55 см^3 серной кислоты, 100 см^3 перекиси водорода и перемешивают.

«Фоновый» раствор № 1 готовят следующим образом: 1 г тетраборнокислого лития растворяют при нагревании в растворе для выщелачивания, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см^3, до метки доводят этим же раствором и перемешивают. 1 см^3 раствора содержит 10 мг тетраборнокислого лития. (Раствор используют при приготовлении комбинированных растворов сравнения).

«Фоновый» раствор № 2 готовят разбавлением в 10 раз «фонового» раствора № 1. Разбавление проводят раствором для разбавления. 1 см^3 раствора содержит 1 мг тетраборнокислого лития.

Раствор окиси железа (III).

Раствор А. Навеску металлического железа массой 0,6994 г растворяют в 10 см^3 смеси соляной и азотной кислот (3:1), разбавляют водой до 50 см^3, кипятят до удаления окислов азота. Раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, до метки доливают водой и перемешивают. 1 см^3 раствора содержит 1 мг окиси железа (III).

Раствор пятиокиси ниобия.

Раствор Б. Навеску пятиокиси ниобия 0,1 г помещают в платиновую чашку или стеклоуглеродный тигель, смешивают с 1 г тетраборнокислого лития и сплавляют в муфельной печи при 950—1000 °С в течение 15 мин до получения однородного плава. Плав растворяют при слабом нагревании в растворе для выщелачивания. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки тем же раствором и перемешивают. 1 см^3 раствора Б содержит 1 мг пятиокиси ниобия.

Растворы пятиокиси тантала

Раствор В. Навеску пятиокиси тантала 0,1 г помещают в платиновую чашку или стеклоуглеродный тигель, смешивают с 1 г тетраборнокислого лития и сплавляют в муфельной печи при 950—1000 °С в течение 15 мин до получения однородного плава. Плав растворяют при слабом нагревании в растворе для выщелачивания. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, до-

водят до метки тем же раствором и перемешивают. 1 см³ раствора В содержит 1 мг пятиокиси тантала. Раствор пригоден для использования в течение 10 суток.

Раствор Г. 5 см³ раствора В переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки раствором для выщелачивания и перемешивают. 1 см³ раствора Г содержит 50 мкг пятиокиси тантала.

Раствор двуокиси титана.

Раствор Д. Навеску предварительно прокаленной при температуре 850—900 °С двуокиси титана массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 2,0 г сернокислого аммония, 12 см³ серной кислоты и нагревают до полного растворения навески. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора Д содержит 1 мг двуокиси титана.

6.2. **Проведение анализа**

6.2.1. Приготовление растворов сравнения (РС)

Раствор сравнения (РС-3) готовят следующим образом. В мерную колбу вместимостью 100 см³ вводят необходимые объемы растворов элементов в количествах, указанных табл. 13, до метки доводят раствором для разбавления.

Раствор сравнения (РС-2) готовят разбавлением раствора сравнения (РС-3) в 2 раза. (Предварительно в мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 2,5 см³ «фонового» раствора № 1).

Таблица 13

Приготовление раствора сравнения (РС-3)

Компонент	Обозначение раствора	Концентрация вводимого раствора, мг/см³	Объем вводимого раствора, см³
Окись железа (III)	А	1,00	0,5
Пятиокись ниобия	Б	1,00	2,0
Пятиокись тантала	Г	0,05	5,0
Двуокись титана	Д	1,00	5,0
«Фоновый» раствор	№ 1	10,0	8,0

Раствор сравнения (РС-1) готовят разбавлением раствора сравнения (РС-3) в 10 раз. (Предварительно в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 9 см³ «фонового» раствора № 1. Аликвотные части разбавляют раствором для разбавления).

Концентрации компонентов в растворах сравнения приведены в табл. 14.

Таблица 14

Концентрация компонентов в комбинированных растворах сравнения

Раствор сравнения	Концентрация компонентов, мкг/см³				
	TiO_2	Nb_2O_5	Ta_2O_5	Fe_2O_3	$Li_2B_4O_7$
РС-1	5	2	0,25	0,5	1000
РС-2	25	10	1,25	2,5	1000
РС-3	50	20	2,50	5,0	1000

6.2.2. Подготовка пробы к анализу

Навеску анализируемой пробы массой 0,1 г помещают в платиновую чашку или стеклоуглеродный тигель, смешивают с 1 г тетраборнокислого лития и сплавляют в муфельной печи при 1000 °С в течение 15—20 мин до получения однородного плава. Плав выщелачивают при слабом нагревании (кипячения следует избегать) 60—80 см³ раствора для выщелачивания. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки тем же раствором и перемешивают.

Аликвотную часть раствора объемом 10 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, до метки доводят раствором для разбавления и перемешивают. Одновременно готовят растворы «фоновые» № 1 и № 2. Подготовленный раствор пробы анализируют на аналитическом комплексе.

6.2.3. Проведение анализа

Спектрально-аналитический комплекс подготавливают к работе согласно «Рабочей инструкции по эксплуатации спектрально-аналитического комплекса» (РИ). Все нижеперечисленные действия выполняют в соответствии с РИ.

6.2.3.1. Устанавливают параметры плазмы как источника возбуждения спектров:

мощность, подводимая к плазме 0,8—1,4 кВт,

расход плазмообразующего аргона 0,2—0,8 дм³/мин,

расход распыляющего аргона 0,2—0,6 дм³/мин,

скорость подачи раствора в плазму 1,8—3,0 см³.

6.2.3.2. Включают плазму, корректируют параметры (п. 6.2.3.1), выполняют юстировку полихроматора.

6.2.3.3. Вводят в память ЭВМ информацию, присваивают ей код. Информация, вводимая в ЭВМ.

время интегрирования — 10 с;

способ измерения аналитического сигнала;

полихроматор-интегрирование,

монохроматор-интегрирование пика в максимуме, после предварительного поиска его при сканировании в окрестности аналитических линий.

Длины волн аналитических линий приведены в табл. 15. Допускается применение других способов измерения в соответствии с РИ.

Допускается использование других длин волн, свободных от спектральных помех, обусловленных составом анализируемого концентрата.

Таблица 15

Аналитические линии определяемых элементов

Определяемый элемент	Аналитическая линия, нм
Ниобий	269,71
Тантал	233,198
Титан	334,94
Железо	238,20

6.2.3.5. Переключатели напряжения на ФЭУ, соответствующие аналитическим линиям определяемых элементов на полихроматоре, устанавливают в позицию, обеспечивающую превышение значения аналитического сигнала над фоном для меньшего раствора сравнения (РС-1) не менее 20 относительных единиц и значение относительного стандартного отклонения (S_r) трех параллельных измерений не более 3 % при распылении растворов сравнения.

Последовательно вводят в плазму растворы сравнения и с помощью специальной программы методом наименьших квадратов получают числовые коэффициенты полиномов, которые вводят в долговременную память ЭВМ. Эти полиномы (первой и второй степени) аппроксимируют градуировочные характеристики для каждого из определяемых элементов.

Градуировочные характеристики получают в координатах (I—С), где I — интенсивность аналитической линии определяемого элемента за вычетом интенсивности излучения спектра фонового раствора № 2 на длине волны аналитической линии определяемого элемента; C — концентрация определяемого элемента в растворах сравнения, мкг/см^3.

Растворы анализируемых проб последовательно вводят в плазму и измеряют интенсивности аналитических линий определяемых элементов. В соответствии с программой для каждого раствора выполняется по 3 измерения интенсивности (I) и вычисляют сред-

нее значение, по которому по градуировочной характеристике находят С — мкг/см^3, результат единичного определения.

6.3. **Обработка результатов**

6.3.1. Массовая доля ниобия (тантала, титана и железа) в пересчете на их окиси (X) в процентах численно равна массовой концентрации определяемого компонента, выраженной в мкг/см^3 и считываемой с дисплея в строке AVG(03).

6.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 16.

Таблица 16

Определяемый компонент	Массовая доля, %	Допускаемое расхождение, %
Окись железа (III)	0,50	0,08
	2,00	0,18
Пятиокись ниобия	6,0	0,4
	9,0	0,5
Пятиокись тантала	0,50	0,10
	0,70	0,15
Двуокись титана	35,0—40,0	1,0

Разд. 6. **(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 25702 0—83	Концентраты редкометаллические Общие требования к методам анализа	3
ГОСТ 25702 1—83	Концентраты редкометаллические. Метод определения окиси алюминия	16
ГОСТ 25702 2—83	Концентраты редкометаллические Метод определения окиси бария	24
ГОСТ 25702 3—83	Концентраты редкометаллические Метод определения закисного железа	28
ГОСТ 25702 4—83	Концентраты редкометаллические Методы определения железа (общего)	31
ГОСТ 25702 5—83	Концентраты редкометаллические Методы определения окиси иттрия	39
ГОСТ 25702 6—83	Концентраты редкометаллические Метод определения окиси кальция	51
ГОСТ 25702 7—83	Концентраты редкометаллические Методы определения двуокиси кремния	59
ГОСТ 25702 8—83	Концентраты резкометаллические Методы определения пятиокиси ниобия	75
ГОСТ 25702 9—83	Концентраты редкометаллические Метод определения суммы пятиокисей ниобия и тантала	92
ГОСТ 25702 10—83	Концентраты редкометаллические Метод определения суммы редкоземельных элементов (РЗЭ)	96
ГОСТ 25702 11—83	Концентраты редкометаллические Метод определения серы	101
ГОСТ 25702 12—83	Концентраты редкометаллические Метод определения сернокислого стронция	106
ГОСТ 25702 13—83	Концентраты редкометаллические Методы определения пятиокиси тантала	111
ГОСТ 25702 14—83	Концентраты редкометаллические Методы определения двуокиси титана	124
ГОСТ 25702 15—83	Концентраты редкометаллические Методы определения пятиокиси фосфора	138
ГОСТ 25702 16—83	Концентраты редкометаллические Методы определения окиси хрома	162
ГОСТ 25702 17—83	Концентраты редкометаллические Метод определения двуокиси циркония	168
ГОСТ 25702 18—83	Концентраты редкометаллические Спектральные методы определения окисей алюминия, бария, железа, кальция, кремния, магния, ниобия, тантала, титана, циркония и хрома	174

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *М С. Кабашова*

Сдано в набор 26 04 94 Подп в печ 23 06 94 Усл печ л 11,62. Усл кр -отт 11,74. Уч -изд л 12,30 Тир 225 экз С 1461

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер . 14
Тульская типография стандартов, ул Московская, 256 Зак 944

gost.e-ecolog.ru