ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

РУДЫ ХРОМОВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 15848.0—90 (ИСО 6629—81), ГОСТ 15848.1—90 (ИСО 6331—83), ГОСТ 15848.2—90 (ИСО 6130—85), ГОСТ 15848.3—90, ГОСТ 15848.10—90 (ИСО 8889—88), ГОСТ 15848.11—90 (ИСО 5975—88), ГОСТ 15848.12—90 (ИСО 5997—84), ГОСТ 15848.14—90 (ИСО 6127—81), ГОСТ 15848.21—90 (ИСО 6129—81)

Издание официальное

2 р. 90 к. БЗ 11—90/871

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

УДК 622.346.1—15 . 543.284.06 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ХРОМОВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ

Общие требования к методам химического анализа

Chromium ores and concentrates
General requirements for methods
of chemical analysis

ГОСТ
15848.0—90
(ИСО 6629—81)

СКСТУ 0741

Срок действия с 01.01.92
до 01.01.2002

Настоящий стандарт устанавливает общие требования к методам химического и физико-химического анализа хромовых руд и концентратов. Общие требования к методам химического и физико-химического анализа по международному стандарту ИСО 6629—81 указаны в приложении.

Анализ хромовых руд и концентратов, применяемых в огнеупорной промышленности, допускается проводить по ГОСТ 2612.0 – ГОСТ 2642.14.

1. Отбор и подготовка проб — по СТ СЭВ 4523.

Для анализа применяют пробу хромовой руды или концентрата, измельченную до крупности минус 0,045 мм, высушенную при температуре 105—110 °С до постоянной массы, или воздушно-сухую.

Для доведения пробы до воздушно-сухого состояния (до достижения постоянной массы) пробу высыпают на глянцевую бумагу или стеклянную поверхность, распределяют ровным слоем толщиной не более 3 мм и оставляют при комнатной температуре на 4—12 ч, не допуская попадания пыли (время, необходимое для переведения пробы в воздушно сухое состояние, устанавливается опытным путем).

При определении массовых долей компонентов из воздушно-сухой пробы одновременно проводят определение массовой доли гигроскопической влаги по ГОСТ 15848.21.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1991

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Результаты рассчитывают с учетом гигроскопической влаги путем умножения на коэффициент K, который вычисляют по формуле

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

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

2. Массовую долю каждого элемента в пробе и в стандартном образце определяют в двух параллельных навесках с двумя контрольными опытами на загрязнение реактивов. При условии использования одних и тех же реактивов допускается проводить контрольные опыты не реже одного раза в смену.

При возникновении разногласий по качеству анализ проводят из трех параллельных навесок с тремя контрольными опытами.

3. Массовую концентрацию стандартных растворов устанавливают не менее чем по трем навескам исходного вещества или стандартного образца.

Возможность применения стандартного образца для установления массовой концентрации стандартных растворов оговаривается в стандартах на методы анализа.

4. Взвешивание проводят на лабораторных весах общего назначения по ГОСТ 24104. Массу осадков, навесок проб и веществ для приготовления стандартных растворов измеряют до четвертого десятичного знака на весах 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания до 200 г или на любых других весах с теми же метрологическими характеристиками. Необходимую точность взвешивания в остальных случаях приводят в стандартах на конкретные методы анализа.

5. Для проведения анализа применяют реактивы квалификации ч. д. а., х. ч., ос. ч. Возможность применения реактивов более низкой квалификации и необходимость их очистки оговаривается в конкретном стандарте на методы анализа.

6. Для приготовления водных растворов и проведения анализа применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709 или деионированную воду. При определении микропримесей применяют бидистиллированную или деионированную воду. Растворы реактивов при необходимости фильтруют.

7 Концентрацию растворов выражают: массовую концентрацию — в г/см^3 или г/дм^3; молярную концентрацию или молярную концентрацию эквивалента — в моль/дм^3; массовую долю — в %.

8. В выражении «разбавленная 1 : 1; 1 : 2» и т. д. первые цифры означают объемные части разбавляемого жидкого реактива (кислота, аммиак и др.), вторые — объемные части растворителя (вода, спирт и др.).

Если в стандарте не указывается концентрация кислоты или водного раствора аммиака, то имеют в виду концентрированную кислоту или концентрированный водный раствор аммиака.

9. Термины «теплая» или «горячая» вода (или раствор) означают, что жидкость имеет температуру соответственно 40—75 °С или более 75 °С.

10. Стандартные (титрованные) растворы готовят из реактивов квалификации не ниже х. ч. или из материалов с массовой долей основного вещества не менее 99,9 % (если нет других указаний в стандартах на методы анализа).

11. Для анализа применяют: посуду мерную лабораторную стеклянную (цилиндры, мензурки, колбы, пробирки) по ГОСТ 1770; приборы мерные лабораторные стеклянные (бюретки, пипетки) по ГОСТ 20292; посуду и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336; посуду и оборудование лабораторные фарфоровые по ГОСТ 9147; изделия технические из благородных металлов и сплавов (платиновые тигли, чашки, др.) по ГОСТ 6563, а также посуду из стеклоуглерода. Допускается применять мерную посуду, поверенную по ГОСТ 8.234.

12. При проведении анализа физико-химическими методами применяют стандартизованные средства измерений аналитического сигнала, прошедшие государственную поверку, или средства измерений, аттестованные по ГОСТ 8.326.

13. При использовании физико-химических методов регистрацию аналитического сигнала проводят в оптимальных условиях измерения для данного прибора.

14. Градуировочные графики строят в прямоугольной системе координат. На оси абсцисс откладывают массу определяемого компонента (в г, мг, мкг) или его массовую концентрацию (в г/см^3), на оси ординат — аналитический сигнал (оптическую плотность раствора, силу тока и др.).

15. Способ и условия построения градуировочного графика указывают в конкретном стандарте на метод анализа. Допускается применять метод ограничивающих растворов, а также метод сравнения аналитического сигнала пробы с аналитическим сигналом стандартного раствора определяемого компонента или раствором стандартного образца.

16. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений с учетом среднего арифметического параллельных результатов контрольного опыта.

При определении в трех параллельных навесках величину допускаемых расхождений между крайними результатами испытаний устанавливают умножением допускаемых расхождений для двух параллельных определений на коэффициент 1,19.

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

18. При проведении анализа с целью контроля суммарной погрешности среднего результата в тех же условиях проводят анализ стандартного образца хромовой руды или концентрата не реже одного раза в смену.

Выбирают стандартный образец с химическим составом, соответствующим требованиям стандарта на методы анализа данного компонента.

При отсутствии стандартного образца контроль погрешности среднего результата анализа осуществляют методом добавок или другими методами.

19. Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$) не превышает предела Δ в процентах, приведенного в соответствующем стандарте на методы анализа массовой доли элемента, при выполнении следующих условий:

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

воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли элемента не должно отличаться от аттестованного более чем на допускаемое (при доверительной вероятности $P = 0{,}85$) значение δ в процентах;

расхождение между результатами анализа, полученными в различных условиях (разными исполнителями, в разное время и т. д.), не должно превышать (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$) значения $d_к$ в процентах.

20. При невыполнении одного из вышеуказанных условий проводят повторный анализ в соответствии с п. 3. Если и при повторном анализе требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признают неверными, анализ прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушение его нормального хода.

ПРИЛОЖЕНИЕ

ХРОМОВЫЕ РУДЫ И КОНЦЕНТРАТЫ

Методы химического анализа. Общие указания (ИСО 6629—81)

1. Назначение и область применения

Настоящий международный стандарт содержит общие указания к методам химического анализа хромовых руд и концентратов

2. Ссылка

ГОСТ 15848.21 (ИСО 6129) Хромовые руды Определение содержания гигроскопической влаги в аналитических пробах Гравиметрический метод

3. Общие указания

3.1 Реактивы

3.1.1 Все применяемые реактивы должны быть аналитической степени чистоты

3.1.2 Для приготовления растворов реактивов и проведения анализов применяют дистиллированную или деионированную воду Для определения микропримесей применяют бидистиллированную или деионированную воду

3.1.3 Температуру растворов в мерных сосудах перед заполнением их до метки доводят до 20 °С

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

3.1.5 В выражениях «разбавленный 1 1, 1 2, 1 5 и т. д.» первая цифра означает количество объемных частей концентрированного раствора, вторая — количество объемных частей воды

3.1.6 Концентрации растворов выражают одной из следующих форм

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

г/дм^3 — означает количество граммов компонента в 1 дм^3 раствора,

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

моль/дм^3 — означает количественную концентрацию, выраженную в единицах моль/дм^3 или моль/дм^3

3.1.7 При установлении титра раствора выполняют не менее трех титрований

3.2 Аппаратура

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

3.2.2 Устройства для взвешивания и лабораторное измерительное оборудование (пипетки бюретки, мерные колбы термометры и т. д.) должны быть поверены Поправочные коэффициенты должны учитываться при вычислении результатов анализа

3.2.3 Кюветы для определения абсорбции окрашенных растворов выбирают таким образом, чтобы измерения могли проводиться в оптимальном интервале абсорбции

3.3 Проба

Анализ проводят на воздушно-сухой пробе или на пробе, высушенной при температуре 105—110 °С

3.4 Выполнение определения

3.4.1 *Количество навесок*

Определение содержания элемента в хромовой руде или концентрате проводят одновременно на двух навесках (или трех если это оговорено в соответствующем международном стандарте или принято по согласованию сторон)

За конечный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух определений Максимальное расхождение между результатами определений не должно превышать расхождения для соответствующего интервала содержания элемента, указанного в пункте «Допускаемые расхождения между результатами двух повторных (или параллельных) определений» соответствующего международного стандарта

3.4.2 *Контрольный опыт*

Одновременно с проводимым анализом в тех же условиях (за исключением случаев, оговоренных в соответствующем международном стандарте) проводят два «контрольных опыта» для внесения в результат определения соответствующей поправки

3.4.3 *Проверочные испытания*

Одновременно с проводимым анализом в тех же условиях проводят проверочное испытание на двух навесках стандартного образца того же типа хромовой руды или концентрата, к которому относится анализируемая проба

Среднее арифметическое результатов двух определений, полученных в результате анализа стандартного образца хромовой руды или концентрата, не должно отличаться от результата, указанного в свидетельстве более чем наполовину величины допускаемого расхождения для соответствующего интервала содержания элемента, указанной в пункте «Допускаемые расхождения между результатами двух повторных (или параллельных) определений» соответствующего международного стандарта В противном случае, анализ навески повторяют после устранения причины расхождения

3.4.4 *Определение содержания гигроскопической влаги*

Одновременно с проведением анализа берут две навески пробы для определения содержания гигроскопической влаги в соответствии с ГОСТ 15848.21 (ИСО 6129) При определении содержания фосфора гигроскопическую влагу определяют из одной навески Для пересчета результатов определения на сухую основу числовые значения этих результатов умножают на коэффициент (K), вычисляемый до третьего десятичного знака по формуле

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

где A — содержание гигроскопической влаги, % по массе, определенное в соответствии с ГОСТ 15848.21.

3.5 *Градуировочные графики*

Градуировочные графики строят в прямоугольных координатах, при этом по оси абсцисс откладывают содержание определяемого элемента в миллиграммах, и по оси ординат — измеренное значение (абсорбции, силы тока и т п)

Градуировочные графики строят по трем замерам абсорбции серии стандартных растворов, проводимым одновременно с анализом

Градуировочные графики, построенные по стандартным растворам, рекомендуется проверять по одному-двум стандартным образцам

3.6 Отчет об испытаниях

Отчет об испытаниях должен включать следующую информацию:

а) указания, необходимые для идентификации пробы,

б) ссылку на применяемый метод,

в) результаты и форму, в которой они выражены,

г) любые замечания, полученные в ходе испытаний и любые операции, не указанные в методике которые могли бы повлиять на результат испытаний

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН Министерством металлургии СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

Н. И. Стенина (руководитель темы), **Н. А. Забугорная**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 № 3671**
Приложение «Хромовые руды. Методы химического анализа. Общие указания» настоящего стандарта подготовлено на основе прямого применения международного стандарта ИСО 6629—81

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 15848.0—85**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 8.234—77	11
ГОСТ 8.326—89	12
ГОСТ 1770—74	11
ГОСТ 2642.0—86	Вводная часть
ГОСТ 2642.1—86	То же
ГОСТ 2642.2—86	»
ГОСТ 2642.3—86	»
ГОСТ 2642.4—86	»
ГОСТ 2642.5—86	»
ГОСТ 2642.6—86	»
ГОСТ 2642.7—86	»
ГОСТ 2642.8—86	»
ГОСТ 2642.9—86	»
ГОСТ 2642.10—86	»
ГОСТ 2642.11—86	»
ГОСТ 2642.12—86	»
ГОСТ 2642.13—86	»
ГОСТ 2642.14—86	»
ГОСТ 6563—75	11
ГОСТ 6709—72	6
ГОСТ 9147—80	11
ГОСТ 15848.0—90	Приложение
ГОСТ 15848.81—90	2
[illegible] 74	12
ГОСТ 24104—88	5
ГОСТ 25336—82	12
ИСО 6129—81	Приложение

gost.e-ecolog.ru