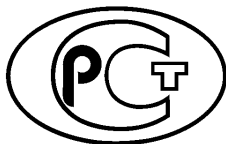


---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
58605—  
2019

---

# РУДЫ АПАТИТ-НЕФЕЛИНОВЫЕ ДОБЫТЫЕ

## Технические условия

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2019

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Научно-исследовательский институт по удобрениям и инсектофунгицидам имени профессора Я. В. Самойлова» (АО «НИУИФ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 60 «Химия»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 октября 2019 г. № 1021-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 ([www.gost.ru](http://www.gost.ru))*

© Стандартиформ, оформление, 2019

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 Термины и определения.....	3
4 Технические требования .....	3
5 Требования безопасности .....	3
6 Требования охраны окружающей среды.....	4
7 Правила приемки .....	4
8 Методы анализа.....	5
9 Транспортирование и хранение.....	18
10 Гарантии изготовителя .....	18
Приложение А (справочное) Массовые доли оксида фосфора и общего оксида алюминия по месторождениям апатит-нефелиновой руды (в сухом продукте).....	18
Библиография.....	19

## Введение

Добытые апатит-нефелиновые руды относятся к горно-химическому неметаллическому сырью — промышленно значимому добытому необогащенному полезному ископаемому для химической промышленности и производства минеральных удобрений.

Минерально-сырьевая база апатит-нефелиновых руд относится к Хибинской группе месторождений. В настоящем стандарте использованы технические характеристики апатит-нефелиновых руд данной группы месторождений, относящихся к единому промышленному типу необогащенных апатит-нефелиновых руд, перерабатываемых в товарные минеральные концентраты: апатитовый, нефелиновый, сиенитовый.

Требования настоящего стандарта направлены на нормативное обеспечение деятельности предприятий при производстве и реализации продукции (необогащенной апатит-нефелиновой руды, являющейся добытым полезным ископаемым), первой по своему качеству продукции, соответствующей настоящему стандарту.

В настоящем стандарте приведены положения, пояснения, термины и определения, идентифицирующие объект стандартизации в соответствии с законодательством Российской Федерации [Федеральным законом № 162-ФЗ от 29 июня 2015 г. (статьи 3 и 4) «О стандартизации в Российской Федерации» и Налоговым кодексом РФ, статья 337] в целях технической и информационной совместимости и сопоставимости технических и экономико-статистических данных, рационального использования ресурсов.

**РУДЫ АПАТИТ-НЕФЕЛИНОВЫЕ ДОБЫТЫЕ****Технические условия**

Mined apatite-nepheline ores. Specifications

Дата введения — 2020—05—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на необогащенные апатит-нефелиновые руды Хибинской группы месторождений (далее — апатит-нефелиновые руды), добытые подземным и открытым способами. Апатит-нефелиновые руды являются первой по своему качеству необогащенной продукцией добычи и предназначены для последующей промышленной переработки в товарные минеральные концентраты: апатитовый, нефелиновый, сиенитовый.

Настоящий стандарт не распространяется на необогащенные нефелиновые руды.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования
- ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
- ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности
- ГОСТ 12.2.003 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности
- ГОСТ 12.3.009 Система стандартов безопасности труда. Работы погрузочно-разгрузочные. Общие требования безопасности
- ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования
- ГОСТ 12.4.028 Система стандартов безопасности труда. Респираторы ШБ-1 «Лепесток». Технические условия
- ГОСТ 12.4.296 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Респираторы фильтрующие. Общие технические условия
- ГОСТ 17.1.3.13 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к охране поверхностных вод от загрязнения
- ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия
- ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания
- ГОСТ 199 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия
- ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

- ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия  
ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия  
ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия  
ГОСТ 4110 Реактивы. Висмут (III) азотнокислый 5-водный. Технические условия  
ГОСТ 4165 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия  
ГОСТ 4198 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия  
ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия  
ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия  
ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия  
ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия  
ГОСТ 4478 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия  
ГОСТ 4517—2016 Реактивы. Методы приготовления реактивов и растворов, применяемых при анализе  
ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов  
ГОСТ 6613 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия  
ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия  
ГОСТ 8984 Силикагель-индикатор. Технические условия  
ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия  
ГОСТ 10398 Реактивы и особо чистые вещества. Комплексонометрический метод определения содержания основного вещества  
ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б). Технические условия  
ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия  
ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия  
ГОСТ 18481 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия  
ГОСТ 22235 Вагоны грузовые магистральных железных дорог колеи 1520 мм. Общие требования по обеспечению сохранности при производстве погрузочно-разгрузочных и маневровых работ  
ГОСТ 23350 Часы наручные и карманные электронные. Общие технические условия  
ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры  
ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний  
ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний  
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 30108 Материалы и изделия строительные. Определение удельной эффективной активности естественных радионуклидов  
ГОСТ Р ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике  
ГОСТ Р 52361 Контроль объекта аналитический. Термины и определения  
ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия  
ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректифицированный. Технические условия  
СТ СЭВ 543 Числа. Правила записи и округления

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 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 52361, а также следующий термин с соответствующим определением:

**3.1 добытая апатит-нефелиновая руда:** Полезное ископаемое, извлеченное (добытое) из недр земли промышленным подземным или открытым способом, необогащенное и не подвергнутое переработке.

**П р и м е ч а н и е** — Добытая апатит-нефелиновая руда является первой продукцией горно-добывающей промышленности, размещаемой по проектам разработки месторождений в местах хранения (рудоперепускные шахты, рудоспуски, бункеры, склады и др.) и предназначенной для отгрузки потребителю на обогатительные предприятия, фабрики.

### 4 Технические требования

4.1 Апатит-нефелиновые руды должны быть добыты в соответствии с технологическим процессом проекта разработки месторождения и должны соответствовать требованиям настоящего стандарта.

#### 4.2 Характеристики

4.2.1 Апатит-нефелиновые руды представляют собой плотную горную породу различной зернистости, содержащую в своем составе следующие минералы: апатит и нефелин (основные рудообразующие минералы), а также эгирин, сфен, титаномагнетит и полевои шпат.

4.2.2 По физико-химическим показателям апатит-нефелиновая руда должна соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 — Физико-химические показатели апатит-нефелиновой руды

Наименование показателя	Значение показателя	Метод анализа
1 Массовая доля оксида фосфора (в пересчете на $P_2O_5$ ), %, не менее в т. ч. для подземных горных работ и Коашвинского карьера	2,0 4,0	По 8.3
2 Массовая доля общего оксида алюминия ( $Al_2O_3$ ), %, не менее	6,0	По 8.4
3 Массовая доля воды, %	0,5—6,0	По 8.5
4 Максимальная крупность кусков, мм, не более: для открытых горных работ для подземных горных работ: верхние горизонты нижние горизонты	1200 900 350	По 8.6
<b>П р и м е ч а н и я</b> 1 Массовую долю воды изготовитель гарантирует и определяет у потребителя на обогатительном предприятии, фабрике не реже одного раза в квартал. 2 Нормы по показателям «массовая доля оксида фосфора» и «массовая доля общего оксида алюминия» приведены в пересчете на сухое вещество.		

Массовые доли оксида фосфора и общего оксида алюминия по месторождениям апатит-нефелиновой руды приведены в приложении А.

4.2.3 Требования к апатит-нефелиновой руде должны соответствовать требованиям настоящего стандарта и устанавливаться в нормативных документах или технической документации предприятия.

### 5 Требования безопасности

5.1 Апатит-нефелиновая руда пожаровзрывобезопасна, не содержит и не образует токсичных и пожаровзрывоопасных соединений в воздушной среде и сточных водах.

Общие требования пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004.

5.2 Апатит-нефелиновая руда не является источником радиоактивного загрязнения, по содержанию природных и техногенных радионуклидов должна соответствовать санитарным правилам и нормативам [1], [2]. Эффективная удельная активность природных радионуклидов апатит-нефелиновой

руды должна быть не более 740 Бк/кг, и обращение с ней осуществляется без ограничений по радиационному фактору в соответствии с санитарными правилами и нормативами [1], [2]. При необходимости периодический контроль за уровнем эффективной удельной активности природных радионуклидов осуществляют по ГОСТ 30108 или другими методами.

5.3 Предельно допустимая концентрация (ПДК) пыли апатит-нефелиновой руды в воздухе рабочей зоны (среднесменная) — 8 мг/м<sup>3</sup> (по апатиту) в соответствии с гигиеническими нормативами [3]. По степени воздействия на организм человека пыль апатит-нефелиновой руды относится к умеренно опасным веществам — 3-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007.

ПДК пыли апатит-нефелиновой руды в воздухе рабочей зоны определяют периодически гравиметрическим методом в соответствии с ГОСТ 12.1.005, руководством [4] и методическими указаниями по методам контроля [5].

Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны, контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны и требования к методикам, средствам измерений — по ГОСТ 12.1.005.

Контроль за состоянием воздуха рабочей зоны проводят в соответствии с ГОСТ 12.1.005. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны проводят в соответствии с руководством [4].

5.4 При подземной добыче руды места образования пыли должны быть оснащены местными аспирационными отсосами и/или обеспечены приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

При добыче, транспортировании и хранении апатит-нефелиновой руды должны быть обеспечены требования безопасности ГОСТ 12.2.003, ГОСТ 12.3.009, Федеральных норм и правил в области промышленной безопасности [6], инструкции [7], санитарных правил [8] и [9].

5.5 Персонал, занятый на добыче апатит-нефелиновой руды, должен быть обеспечен специальной одеждой, обувью и средствами защиты глаз и рук в соответствии с межотраслевыми правилами и типовыми нормами [10], [11].

5.6 На рабочих местах с запыленностью воздуха следует применять противопылевые и фильтрующие респираторы типа ШБ-1 «Лепесток-40», «Лепесток-200» по ГОСТ 12.4.028, марок А или В по ГОСТ 12.4.296 или аналогичные.

5.7 Работающие с апатит-нефелиновой рудой обязаны проходить обязательные предварительный (при приеме на работу) и периодические медицинские осмотры в соответствии с законодательством Российской Федерации.

### 5.8 Меры первой помощи

При первых признаках недомогания следует немедленно прекратить работу, обеспечить свежий воздух, покой, тепло. При попадании апатит-нефелиновой руды: на кожу — смыть водой; в глаза — промыть большим количеством воды; при случайном проглатывании — выпить несколько стаканов воды с мелкоизмельченным активированным углем (четыре-пять таблеток на стакан воды) и вызвать рвоту. При необходимости следует обратиться к врачу или доставить пострадавшего в медицинское учреждение.

## 6 Требования охраны окружающей среды

6.1 Для предупреждения вредного воздействия апатит-нефелиновой руды на окружающую среду не допускается ее попадание в открытые водоемы и грунтовые воды.

6.2 Охрана поверхностных вод обеспечивается соблюдением требований ГОСТ 17.1.3.13 и санитарных правил и норм [12].

## 7 Правила приемки

7.1 Апатит-нефелиновую руду принимают партиями. Партией считают количество однородной по своим показателям качества апатит-нефелиновой руды массой не более 10000 т, отгруженное с одного рудника (месторождения) и оформленное одним документом о качестве.

Документ о качестве должен содержать:

- наименование предприятия и его адрес;
- наименование рудника (месторождения);
- наименование продукции;
- массу нетто;
- результаты проведенного анализа;



- номер партии и дату отгрузки;
- обозначение настоящего стандарта;
- подпись и штамп службы технического контроля (главного геолога).

Допускается формирование суточной (или сменной) объединенной партии в размере суточной (или сменной) отгрузки.

7.2 Партии апатит-нефелиновой руды подвергают приемо-сдаточным испытаниям по показателям 1, 2 и 4 таблицы 1 и периодическим испытаниям по показателю 3 таблицы 1. Показатель 3 «Массовая доля воды» таблицы 1 изготовитель гарантирует и определяет у потребителя не реже одного раза в квартал.

7.3 Числовые значения результатов анализа каждого показателя записывают в документ о качестве с тем же количеством значащих цифр, которому соответствует норма по показателю в таблице 1.

Округление чисел проводят в соответствии с СТ СЭВ 543.

7.4 При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей проводят повторный анализ проб той же партии. Результаты повторного анализа распространяют на всю партию.

## 8 Методы анализа

### 8.1 Отбор и подготовка проб

#### 8.1.1 Аппаратура

Пробоотсекатель механический.

Совок.

Молоток геологический.

Дробилка лабораторная.

Истиратель дисковый или другого типа.

Делитель Джонса.

Делитель ротационного типа.

Шкаф сушильный лабораторный с автоматическим регулированием температуры в диапазоне от 50 °С до 300 °С, обеспечивающий стабильность температуры в установившемся тепловом режиме  $\pm 3$  °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный осушителем (хлористый кальций или силикагель).

Сито с сеткой № 016 В или 016 К по ГОСТ 6613.

Противень из стали размером 150 × 150 × 40 мм.

#### 8.1.2 Отбор проб руды

8.1.2.1 Для контроля качества руды по массовым долям оксидов фосфора и алюминия на рудниках точечные пробы отбирают вручную совком или механическим способом пробоотсекателями на конвейерах из расчета не менее одной пробы на 2500 т руды.

При открытой разработке точечные пробы отбирают при погрузке в думпкары (с перегрузочных пунктов или штабелей) или от забоев экскаваторов.

При подземной разработке точечные пробы отбирают из вагонов подземных локомотивов перед разгрузкой в рудоспуск или с конвейеров.

Точечные пробы от штабелей, забоев экскаваторов, с конвейеров (вручную) и от вагонов подземных локомотивов формируют из частных проб, отбор которых проводят в шахматном порядке.

8.1.2.2 Масса точечной пробы должна быть не менее 5 кг. Размеры кусков руды, поступающей в пробу, не должны превышать 50 мм в наибольшем измерении.

Точечная проба должна содержать приблизительно от 10 % до 25 % мелкой и от 75 % до 90 % крупной фракций. Отбор пробы от крупной фракции проводят методом равномерного отбора [отбивания сколков геологическим инвентарем (молотком)].

При объеме партии менее 5000 т допускается увеличение количества точечных проб и уменьшение массы точечной пробы до 2,5 кг.

8.1.2.3 Точечные пробы у потребителя отбирают из думпкаров, при выгрузке из думпкаров или после выгрузки с конвейеров.

8.1.2.4 Для контроля качества руды по массовой доле воды у потребителя отбирают точечные пробы с конвейерной ленты конвейеров на фабриках после дробилок мелкого дробления (крупность менее 25 мм) из расчета одна проба на каждые 5000 т дробленой руды.

Масса точечной пробы должна быть не менее 5 кг.

8.1.2.5 По согласованию с потребителем допускается изготовителю проводить отбор проб у потребителя.

### 8.1.3 Подготовка проб

8.1.3.1 Отобранные по 8.1.2.1—8.1.2.3 точечные пробы объединяют в общую пробу, дробят до крупности менее 5 мм, перемешивают и сокращают делителем Джонса до массы не менее 2,5 кг. Подготовленную пробу дробят до крупности менее 2 мм, перемешивают и сокращают делителем Джонса или делителем ротационного типа до массы не менее 600 г (средняя проба). Из тщательно перемешанной средней пробы методом квартования или квадратования отбирают аналитическую пробу массой не менее 75 г и помещают ее в чистую сухую плотно закрывающуюся тару (полиэтиленовую банку, пакет).

На тару наносят маркировку с указанием наименования продукта, рудника, даты отбора и регистрационного номера пробы добытой руды.

Аналитическую пробу отправляют на подготовку (8.1.3.2) к химическому анализу, оставшуюся часть средней пробы передают на хранение.

8.1.3.2 Для выполнения химического анализа по показателям «массовая доля оксида фосфора (в пересчете на  $P_2O_5$ )» и «массовая доля общего оксида алюминия» аналитическую пробу руды помещают на противень и сушат в сушильном шкафу при температуре  $(105 \pm 3)$  °С в течение 1 ч. Затем высушенную пробу охлаждают, стирают дисковым или другим истирателем до полного прохождения через сито с сеткой № 016 В или 016 К, помещают в чистую сухую плотно закрывающуюся тару (полиэтиленовую банку, пакет) с идентификационной этикеткой, содержащей наименование продукта, наименование рудника, дату отбора и регистрационный номер пробы добытой руды, и передают на анализ.

## 8.2 Общие указания

8.2.1 При проведении анализов применяют реактивы квалификации «чистый для анализа (ч.д.а.)», «химически чистый (х.ч.)». При подготовке растворов реактивов, растворов индикаторов, растворов для комплексонометрического титрования учитывают положения и указания ГОСТ 4517, ГОСТ 27025, ГОСТ 4919.1 и ГОСТ 10398.

Допускается приготовление приведенных ниже растворов реактивов указанных концентраций в необходимых (больших или меньших) объемах.

8.2.2 Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками, не уступающими указанным ниже, а также реактивов, изготовленных по другим нормативным документам (в том числе импортных), с квалификацией не ниже ч.д.а.

8.2.3 Допускается применять другие методы анализа, обеспечивающие достоверность результатов измерений. Применяемые методики измерений должны быть аттестованы.

При разногласиях в оценке качества продукта анализ проводят методами, указанными в настоящем стандарте, с применением средств измерений, оборудования и реактивов, предусмотренных этими методами.

8.2.4 Анализ руды проводят при следующих условиях:

- температура окружающего воздуха —  $(20 \pm 5)$  °С;
- относительная влажность окружающего воздуха — не более 80 %;
- давление атмосферного воздуха — от 970 до 1045 гПа;
- напряжение питания сети —  $(220 \pm 22)$  В;
- частота питающей сети —  $(50 \pm 1)$  Гц.

Перед началом проведения анализа образцы апатит-нефелиновой руды, вода и растворы реактивов должны иметь температуру воздуха в помещении.

8.2.5 Результаты анализа округляют и записывают с числом десятичных знаков на один больше, чем значение нормы по данному показателю в таблице 1.

Контроль точности результатов анализа осуществляют в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 или с документами, действующими на предприятии.

## 8.3 Определение массовой доли оксида фосфора (в пересчете на $P_2O_5$ )

### 8.3.1 Сущность метода

Определение массовой доли оксида фосфора (в пересчете на  $P_2O_5$ ) в руде проводят титриметрическим методом с использованием азотнокислого висмута из высушенной пробы (см. 8.1.3.2).

Метод основан на взаимодействии фосфорной кислоты с раствором азотнокислого висмута с образованием осадка фосфата висмута. Избыток азотнокислого висмута титруют раствором трилона Б

в присутствии ксиленолового оранжевого индикатора. Мешающее влияние трехвалентного железа устраняют восстановлением его в двухвалентное аскорбиновой кислотой.

### 8.3.2 Аппаратура, посуда, реактивы и растворы

Весы электронные по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) класса точности ( $M_{\max} = 210$  г,  $e = 0,001$  г).

Весы электронные по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности ( $M_{\max} = 2100$  г,  $e = 0,001$  г).

Ареометр по ГОСТ 18481.

Термометры жидкостные по ГОСТ 28498 с ценой деления шкалы  $1$  °С, диапазонами измерений температуры: от  $0$  °С до  $100$  °С и от  $100$  °С до  $200$  °С с абсолютной погрешностью измерений не более  $\pm 1$  °С и не более  $\pm 1,5$  °С соответственно.

Часы электронные по ГОСТ 23350 или таймер любого типа по соответствующим нормативным документам.

Психрометр универсальный по соответствующим нормативным документам диапазоном измерений относительной влажности от  $20$  % до  $90$  % и с абсолютной погрешностью измерений не более  $\pm 7$  %.

Барометр по соответствующим нормативным документам диапазоном измерений давления атмосферного воздуха от  $810$  до  $1050$  гПа и с абсолютной погрешностью измерений не более  $\pm 2$  гПа.

Шкаф сушильный лабораторный с автоматическим регулированием температуры в диапазоне от  $50$  °С до  $300$  °С, обеспечивающий стабильность температуры в установившемся тепловом режиме  $\pm 3$  °С.

Лабораторный рН-метр диапазоном измерений от  $1$  до  $12$  ед. рН и с абсолютной погрешностью измерений  $\pm 0,05$  ед. рН.

Плитка электрическая лабораторная или бытовая по ГОСТ 14919.

Баня водяная лабораторная.

Мешалка магнитная.

Магнит в полиэтиленовой оплетке.

Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный осушителем (хлористый кальций или силикагель).

Колбы 2—100—2, 2—250—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2—2—10, 2—2—20, 2—2—25 по ГОСТ 29169.

Пипетки 1—1—2—1 по ГОСТ 29227.

Бюретки 1—5—2—5—0,02, 1—5—2—25—0,1, 1—5—2—50—0,1 по ГОСТ 29251.

Цилиндры 2—10—2, 2—50—2, 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканы Н-2—400 ТХС, Н-2—600 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Ступка 3 по ГОСТ 9147.

Стекло часовое.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478.

Кислота аскорбиновая фармакопейная.

Висмут (III) азотнокислый 5-водный по ГОСТ 4110.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Цинк гранулированный.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, х.ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Ксиленоловый оранжевый (индикатор).

Эриохром черный Т (индикатор).

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026 или аналогичная.

При использовании в качестве реактивов опасных (едких, токсичных) веществ следует руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в нормативных документах на эти реактивы.

### 8.3.3 Подготовка к анализу

#### 8.3.3.1 Подготовка проб

Для химического анализа используют пробу, подготовленную по 8.1.3.2.

## 8.3.3.2 Приготовление раствора азотной кислоты с массовой долей 5 %

57 см<sup>3</sup> азотной кислоты (плотность — 1,4 г/см<sup>3</sup>) отмеряют цилиндром (при использовании концентрированной азотной кислоты с другим значением плотности объем исходной кислоты рассчитывают по ГОСТ 4517—2016, пункт 4.89). Отмеренный объем кислоты осторожно, небольшими порциями (при постоянном перемешивании) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, в которую предварительно поместили 200 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Раствор в колбе охлаждают до комнатной температуры, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор хранят в плотно закрытой стеклянной посуде. Срок годности раствора — 3 мес.

8.3.3.3 Приготовление раствора азотнокислого висмута молярной концентрации висмута  $c(\text{Bi}) = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup>

23,210 г азотнокислого пятиводного висмута помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют мерным цилиндром 50 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (см. 8.3.3.12) и растворяют навеску, перемешивают, доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают. При необходимости фильтруют через фильтр «синяя лента». Перед использованием и установлением точной концентрации раствор отстаивают 3—4 дня. Точную концентрацию висмута в растворе азотнокислого висмута устанавливают не реже одного раза в месяц. Раствор хранят в стеклянной посуде. Срок годности раствора — 3 мес.

## 8.3.3.4 Приготовление раствора сульфосалициловой кислоты с массовой долей 10 %

10,00 г сульфосалициловой кислоты растворяют в 90 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, тщательно перемешивают и фильтруют через фильтр «синяя лента». Раствор хранят в стеклянной посуде. Срок годности раствора — 3 мес.

При изменении внешнего вида раствора (появлении мути, осадка и др.) раствор необходимо заменить на свежеприготовленный.

## 8.3.3.5 Приготовление раствора аскорбиновой кислоты с массовой долей 10 %

10,00 г аскорбиновой кислоты растворяют в 90 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, тщательно перемешивают. Раствор хранят в посуде из темного стекла. Срок годности раствора — трое суток. При изменении внешнего вида раствора (появлении мути, осадка и др.) раствор необходимо заменить на свежеприготовленный.

## 8.3.3.6 Приготовление раствора ксиленолового оранжевого индикатора с массовой долей 0,5 %

0,5 г ксиленолового оранжевого индикатора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают. Раствор хранят в посуде из темного стекла. Срок годности раствора — 30 сут.

8.3.3.7 Приготовление раствора трилона Б (ди-*Na*-ЭДТА) молярной концентрации  $c(\text{ди-}Na\text{-ЭДТА}) = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup>

18,62 г трилона Б помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют примерно 500 см<sup>3</sup> теплой (примерно 60 °С) дистиллированной воды, перемешивают до растворения трилона Б, охлаждают, доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают. При необходимости фильтруют через бумажный фильтр «синяя лента». Перед использованием и установлением точной концентрации отстаивают 3—4 дня. Точную концентрацию устанавливают не реже одного раза в месяц.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок годности раствора — 3 мес.

При изменении внешнего вида раствора (появлении мути, осадка и др.) раствор необходимо заменить на свежеприготовленный.

8.3.3.8 Установление точной концентрации висмута  $C_{\text{Bi}}$  (моль/дм<sup>3</sup>) в растворе азотнокислого висмута

В три конические колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают пипеткой по 10 см<sup>3</sup> раствора однозамещенного фосфорнокислого калия (см. 8.3.3.10), добавляют в каждую колбу цилиндром 25 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (см. 8.3.3.2), помещают на плитку и кипятят в течение 5 мин с момента закипания раствора, добавляют к раствору цилиндром 25 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и нагревают почти до кипения. Затем помещают колбу с горячим раствором на магнитную мешалку, опускают в раствор магнит, включают мешалку и добавляют из бюретки по каплям в течение 2 мин 25 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого висмута (см. 8.3.3.3). Раствор охлаждают до комнатной температуры на водяной бане с проточной водой. Непосредственно перед титрованием добавляют к раствору цилиндром 80 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Затем при энергичном перемешивании на магнитной мешалке добавляют градуированными пипетками 0,1 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты (см. 8.3.3.4), 0,4 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты (см. 8.3.3.5), 0,3 см<sup>3</sup> раствора ксиленолового оранжевого индикатора (см. 8.3.3.6) и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из розового в желтый цвет, устойчивый в течение 3 с.

Точное значение молярной концентрации висмута  $C_{\text{Bi}}$ , моль/дм<sup>3</sup>, в растворе азотнокислого висмута вычисляют по формуле

$$C_{\text{Вi}} = \frac{V_{\text{КН}_2\text{РO}_4} \cdot C_{\text{КН}_2\text{РO}_4} + V_{\text{ТрБ}} \cdot C_{\text{ТрБ}}}{V_{\text{Вi}}}, \quad (1)$$

где  $V_{\text{КН}_2\text{РO}_4}$  — объем раствора однозамещенного фосфорнокислого калия, см<sup>3</sup>;  
 $C_{\text{КН}_2\text{РO}_4}$  — значение молярной концентрации раствора однозамещенного фосфорнокислого калия (см. 8.3.3.10), моль/дм<sup>3</sup>;  
 $V_{\text{ТрБ}}$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;  
 $C_{\text{ТрБ}}$  — точное значение молярной концентрации раствора трилона Б, установленное по 8.3.3.9, моль/дм<sup>3</sup>;  
 $V_{\text{Вi}}$  — объем добавленного раствора азотнокислого висмута, см<sup>3</sup>.

Выполняют не менее трех параллельных определений. Для дальнейших расчетов используют среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений. Точную концентрацию висмута в растворе азотнокислого висмута устанавливают не реже одного раза в месяц.

8.3.3.9 Установление точной концентрации раствора трилона Б  $\alpha(\text{ди-Na-ЭДТА}) = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup> по раствору нитрата цинка

Отбирают пипеткой три аликвоты по 20 см<sup>3</sup> раствора нитрата цинка (см. 8.3.3.11), помещают в три конические колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> каждая, прибавляют в каждую колбу цилиндром 70 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 5 см<sup>3</sup> буферного раствора (см. 8.3.3.14) и 0,7—1,5 г индикаторной смеси эриохрома черного Т (см. 8.3.3.13). Раствор перемешивают и титруют раствором трилона Б до перехода фиолетово-красной окраски раствора в синюю.

Точное значение молярной концентрации раствора трилона Б  $C_{\text{ТрБ}}$ , моль/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C_{\text{ТрБ}} = \frac{C_{\text{Zn}} \cdot V_{\text{Zn}}}{V_{\text{ТрБ}}}, \quad (2)$$

где  $C_{\text{Zn}}$  — значение молярной концентрации цинка в растворе нитрата цинка (см. 8.3.3.11), моль/дм<sup>3</sup>;  
 $V_{\text{Zn}}$  — объем (аликвота) раствора нитрата цинка, отобранная для титрования, см<sup>3</sup>;  
 $V_{\text{ТрБ}}$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

Для дальнейших вычислений используют среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений. Точное значение молярной концентрации раствора трилона Б устанавливают не реже одного раза в месяц.

8.3.3.10 Приготовление раствора однозамещенного фосфорнокислого калия молярной концентрации  $\alpha(\text{КН}_2\text{РO}_4) = 0,055$  моль/дм<sup>3</sup>

7,484 г однозамещенного фосфорнокислого калия [предварительно высушенного при температуре  $(105 \pm 3)$  °С в течение 2 ч и охлажденного в эксикаторе] растворяют в дистиллированной воде, добавляя цилиндром 5 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты (плотность — 1,4 г/см<sup>3</sup>), количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок годности — 30 сут.

8.3.3.11 Приготовление раствора нитрата цинка молярной концентрации цинка  $\alpha(\text{Zn}) = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup> для установления точного значения молярной концентрации раствора трилона Б

3,2—3,3 г гранулированного цинка, предварительно очищенного от оксидной пленки, взвешивают (результат взвешивания записывают до четвертого десятичного знака), помещают в термостойкий стакан и растворяют при медленном нагревании на водяной бане в смеси 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 15 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты (плотность — 1,4 г/см<sup>3</sup>), добавленных цилиндром. Накрывают стакан часовым стеклом и нагревают до полного растворения цинка. Затем тщательно обмывают часовое стекло дистиллированной водой, собирая промывные воды в тот же стакан. Упаривают раствор в стакане до объема примерно 10 см<sup>3</sup>, количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, тщательно обмывая стенки стакана, в котором проводили растворение цинка, дистиллированной водой, собирая промывные воды в ту же колбу. Доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Значение молярной концентрации цинка  $C_{\text{Zn}}$ , моль/дм<sup>3</sup>, в растворе нитрата цинка вычисляют по формуле

$$C_{\text{Zn}} = \frac{m_{\text{Zn}} \cdot 1000}{65,38 \cdot V_{\text{к}}}, \quad (3)$$

где  $m_{\text{Zn}}$  — навеска цинка, г;  
 1000 — коэффициент пересчета из см<sup>3</sup> в дм<sup>3</sup>;

65,38 — молярная масса цинка, г/моль;

$V_k$  — вместимость мерной колбы для приготовления раствора нитрата цинка, см<sup>3</sup>.

Раствор хранят в стеклянной посуде. Срок годности раствора — 30 сут.

8.3.3.12 Приготовление раствора азотной кислоты, разбавленной в объемном соотношении 1:1

В стакан наливают мерным цилиндром 250 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, при постоянном перемешивании порциями добавляют 250 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, охлаждают до комнатной температуры и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в стеклянной посуде. Срок годности раствора — 3 мес.

8.3.3.13 Приготовление индикаторной смеси эриохрома черного Т

0,25 г эриохрома черного Т смешивают с 50,00 г предварительно растертого хлористого натрия и тщательно растирают в ступке до получения однородной смеси.

Смесь хранят в стеклянной посуде. Срок годности смеси — не более одного года.

8.3.3.14 Приготовление буферного раствора со значением рН = 9,5—10,0 ед. рН

70,00 г хлористого аммония взвешивают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в 300 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, прибавляют цилиндром 250 см<sup>3</sup> водного аммиака, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и измеряют значение рН раствора рН-метром. Если значение рН раствора не соответствует значению рН = 9,5—10,0 ед. рН, добавляют к раствору хлористый аммоний или аммиак с последующей проверкой рН буферного раствора на рН-метре.

Раствор хранят в стеклянной посуде. Срок годности раствора — 3 мес.

#### 8.3.4 Проведение анализа

Навеску руды, выбранную в соответствии с таблицей 2, взвешивают (результат взвешивания записывают до четвертого десятичного знака), количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют цилиндром 30 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (см. 8.3.3.2) и кипятят в течение 5 мин с момента закипания раствора. К раствору добавляют цилиндром 30 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, раствор охлаждают на водяной бане с проточной водой в течение 2 мин. Колбу помещают на магнитную мешалку, опускают в раствор магнит, медленно по каплям в течение времени  $t$ , приведенного в таблице 2, бюреткой добавляют объем раствора азотнокислого висмута  $V_{Bi}$  (см. 8.3.3.3), указанный в таблице 2, и прекращают перемешивание. Раствору дают постоять 15 мин для созревания осадка. Затем непосредственно перед титрованием каждой пробы добавляют объем дистиллированной воды  $V_1$  в соответствии с таблицей 2, далее (при энергичном перемешивании на магнитной мешалке) добавляют 0,1 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты (см. 8.3.3.4), медленно по каплям раствор аскорбиновой кислоты (см. 8.3.3.5) до исчезновения розовой окраски анализируемого раствора [до восстановления железа (III) до железа (II)] и избыток (0,2 см<sup>3</sup>) раствора аскорбиновой кислоты.

Затем добавляют 0,2—0,3 см<sup>3</sup> раствора ксиленолового оранжевого (см. 8.3.3.6) и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из розовой в желтую, устойчивую в течение 3 с. Фиксируют объем трилона Б, израсходованный на титрование.

Т а б л и ц а 2 — Условия применения азотнокислого висмута для образования фосфата висмута

Массовая доля оксида фосфора (в пересчете на $P_2O_5$ ) в образце руды, %	Навеска руды, отобранная на анализ, $m$ , г	Объем раствора азотнокислого висмута для осаждения фосфатов $V_{Bi}$ , см <sup>3</sup>	Время добавления раствора азотнокислого висмута $t$ , мин	Объем дистиллированной воды $V_1$ , см <sup>3</sup>
От 0,7 до 5,0 включ.	0,40	15	2	70
Св. 5,0 до 30,0 включ.	0,20	35	3	95

Анализ выполняют с использованием минимум двух параллельных навесок.

#### 8.3.5 Обработка результатов

Массовую долю оксида фосфора (в пересчете на  $P_2O_5$ ) в апатит-нефелиновой руде  $X$ , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_{Bi} \cdot C_{Bi} - V_{ТрБ1} \cdot C_{ТрБ}) \cdot 70,9723 \cdot 100}{m \cdot 1000}, \quad (4)$$

где  $V_{Bi}$  — объем раствора азотнокислого висмута, добавленный для осаждения, см<sup>3</sup>;

- $C_{\text{Вi}}$  — точная концентрация висмута в растворе азотнокислого висмута, установленная по 8.3.3.8, моль/дм<sup>3</sup>;
- $V_{\text{ТрБ1}}$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование избытка раствора азотнокислого висмута, см<sup>3</sup>;
- $C_{\text{ТрБ}}$  — точная концентрация раствора трилона Б, установленная по 8.3.3.9, моль/дм<sup>3</sup>;
- 70,9723 — молярная масса эквивалента оксида фосфора (1/2 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>), г/моль;
- 100 — коэффициент пересчета в проценты;
- $m$  — навеска пробы, г;
- 1000 — коэффициент пересчета из дм<sup>3</sup> в см<sup>3</sup>.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (расхождение между параллельными определениями относительно их среднеарифметического значения не превышает значения предела повторяемости  $r_o$  или критического диапазона  $CR_{0,95}(3)_{o}$ , приведенных в таблице 3). Если расхождение между максимальным и минимальным значениями для трех параллельных определений относительно их среднеарифметического значения превышает значение критического диапазона  $CR_{0,95}(3)_{o}$ , то за окончательный результат анализа принимают медиану (срединное значение из трех результатов параллельных определений, ранжированных по возрастанию).

Т а б л и ц а 3— Метрологические характеристики и диапазоны измерений

В процентах

Диапазон измерений массовой доли оксида фосфора (в пересчете на P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	Границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95 \pm \delta$	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости $\sigma_{r,o}$	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости $\sigma_{R,o}$	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов параллельных определений) $r_o$	Критический диапазон (относительное значение допускаемого расхождения для трех результатов параллельных определений) $CR_{0,95}(3)_{o}$	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости) $R_o$
От 0,7 до 5,0 включ.	20	6	10	17	20	28
Св. 5,0 до 30,0 включ.	8	2	4	6	6	11

## 8.4 Определение массовой доли общего оксида алюминия (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

### 8.4.1 Сущность метода

Метод измерений — комплексометрический, основан на образовании устойчивого комплексного соединения ионов алюминия с трилоном Б. Избыток трилона Б оттитровывают раствором сульфата меди в присутствии индикатора ПАН.

### 8.4.2 Аппаратура, посуда, реактивы и растворы

Весы электронные по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) класса точности ( $M_{\text{max}} = 210$  г,  $e = 0,001$  г).

Весы электронные по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности ( $M_{\text{max}} = 2100$  г,  $e = 0,001$  г).

Термометры жидкостные по ГОСТ 28498 с ценой деления шкалы 1 °С, диапазонами измерений температуры: от 0 °С до 100 °С и от 100 °С до 200 °С с абсолютной погрешностью измерений не более  $\pm 1$  °С и не более  $\pm 1,5$  °С соответственно.

Часы электронные по ГОСТ 23350 или таймер любого типа по соответствующим нормативным документам.

Психрометр универсальный по соответствующим нормативным документам диапазоном измерений относительной влажности от 20 % до 90 % и с абсолютной погрешностью измерений не более  $\pm 7$  %.

Барометр по соответствующим нормативным документам диапазоном измерений давления атмосферного воздуха от 810 до 1050 гПа и с абсолютной погрешностью измерений не более  $\pm 2$  гПа.

pH-метр лабораторный диапазоном измерений от 1 до 12 ед. pH и с абсолютной погрешностью измерений  $\pm 0,05$  ед. pH.

Ареометр по ГОСТ 18481.

Колбы мерные 2—100—2, 2—250—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2—2—5, 2—2—10, 2—2—20, 2—2—25, 2—2—50 по ГОСТ 29169.

Пипетки 1—1—2—2, 1—1—2—5 по ГОСТ 29227.

Бюретки 1—5—2—25—0,1, 1—5—2—50—0,1 по ГОСТ 29251.

Цилиндры 1—5—2, 1—10—2, 1—25—2, 1—50—2, 1—100—2, 1—250—2, 1—500—2, 1—1000—2 по ГОСТ 1770.

Электропечь лабораторная, обеспечивающая температуру нагрева до 800 °С, с погрешностью автоматического регулирования температуры не более ± 10 °С.

Шкаф сушильный лабораторный с автоматическим регулированием температуры в диапазоне от 50 °С до 300 °С, обеспечивающий стабильность температуры в установившемся тепловом режиме ± 3 °С.

Плитка электрическая лабораторная или бытовая по ГОСТ 14919.

Колбы Кн-2—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания (бюкса) по ГОСТ 25336.

Стаканы Н-2—400 ТХС, В-1—150; 250 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронки стеклянные лабораторные тип В-75—110 ХС по ГОСТ 25336.

Тигли стальные с крышками вместимостью 35 и 70 см<sup>3</sup> или тигли стеклогуглеродные № 5 с крышками.

Ложка стальная.

Палочка стеклянная.

Стакан 7 по ГОСТ 9147.

Воронки полипропиленовые.

Ступка 3 по ГОСТ 9147.

Чашка кристаллизационная ЧКЦ-2—2500 по ГОСТ 25336.

Стекло часовое.

Баня водяная лабораторная.

Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный осушителем (хлористый кальций или силикагель).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Гидроксид натрия по ГОСТ 4328.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Соль динатриевая этилендиамин - N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652.

Медь сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.

Цинк гранулированный.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478.

Спирт этиловый технический гидролизный ректифицированный по ГОСТ Р 55878.

ПАН (индикатор 1-(2-пиридилазо)-2-нафтол).

Индикаторная бумага конго красный.

Эриохром черный Т (индикатор).

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026 или аналогичная.

При использовании в качестве реактивов опасных (едких, токсичных) веществ следует руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в нормативных документах на эти реактивы.

#### **8.4.3 Подготовка к анализу**

##### **8.4.3.1 Подготовка проб**

Для химического анализа используют пробу, подготовленную по 8.1.3.2.

##### **8.4.3.2 Приготовление раствора гидроксида натрия с массовой долей 20 %**

В фарфоровый стакан цилиндром помещают 200 см<sup>3</sup> свежеекипяченой и охлажденной дистиллированной воды. Порциями (при постоянном перемешивании) добавляют 100,00 г гидроксида натрия (результат взвешивания записывают до второго десятичного знака). После растворения гидроксида натрия добавляют еще 200 см<sup>3</sup> свежеекипяченой и охлажденной дистиллированной воды. Полученный раствор перемешивают и отстаивают в герметичной полиэтиленовой посуде в течение пяти дней.



Затем отстоявшийся раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» для удаления осадка. Приготовленный раствор хранят в полиэтиленовых емкостях.

Срок годности раствора — один год. При изменении внешнего вида раствора (появлении мути, осадка и др.) раствор необходимо заменить на свежеприготовленный.

8.4.3.3 Приготовление раствора трилона Б молярной концентрации  $c(\text{ди-Na-ЭДТА}) = 0,0125$  моль/дм<sup>3</sup>

В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> вносят навеску 4,65 г трилона Б, добавляют цилиндром примерно 500 см<sup>3</sup> теплой (примерно 60 °С) дистиллированной воды, перемешивают до растворения трилона Б, охлаждают, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. При необходимости фильтруют через бумажный фильтр «синяя лента». Перед использованием и установлением точной концентрации отстаивают 3—4 дня.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок годности раствора — 3 мес.

Точную концентрацию раствора определяют по 8.4.3.12 не реже одного раза в месяц.

8.4.3.4 Приготовление раствора нитрата цинка молярной концентрации  $c(\text{Zn}) = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup> для установления точного значения молярной концентрации раствора трилона Б

3,2—3,3 г гранулированного цинка, предварительно очищенного от оксидной пленки, взвешивают (результат взвешивания записывают до четвертого десятичного знака), помещают в термостойкий стакан и растворяют при медленном нагревании на водяной бане в смеси 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 15 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты (плотность — 1,4 г/см<sup>3</sup>), добавленных цилиндром. Накрывают стакан часовым стеклом и нагревают до полного растворения цинка. Затем тщательно обмывают часовое стекло водой, собирая промывные воды в тот же стакан. Упаривают раствор в стакане до объема примерно 10 см<sup>3</sup>, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, тщательно обмывая стенки стакана, в котором проводили растворение цинка, дистиллированной водой, собирая промывные воды в ту же колбу. Доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Значение молярной концентрации цинка  $C_{\text{Zn}}$ , моль/дм<sup>3</sup>, в растворе нитрата цинка вычисляют по формуле

$$C_{\text{Zn}} = \frac{m_{\text{Zn}} \cdot 1000}{65,38 \cdot V_{\text{к}}}, \quad (5)$$

где  $m_{\text{Zn}}$  — масса навески цинка, г;

1000 — коэффициент пересчета из см<sup>3</sup> в дм<sup>3</sup>;

65,38 — молярная масса цинка, г/моль;

$V_{\text{к}}$  — вместимость мерной колбы для приготовления раствора нитрата цинка, см<sup>3</sup>.

Раствор хранят в стеклянной посуде. Срок годности — 30 сут.

8.4.3.5 Подготовка тиглей с гидроксидом натрия

Куски или гранулы гидроксида натрия помещают в сухие стальные или стеклоуглеродные тигли по 3—5 г в каждый тигель и разогревают на электрической плитке до расплавленного состояния гидроксида натрия. Плав в тигле выдерживают на электрической плитке до прекращения выделения пузырьков (спокойная поверхность расплавленного гидроксида натрия означает полное ее обезвоживание). Тигли с расплавом гидроксида натрия снимают с электрической плитки, охлаждают в течение 10 мин на воздухе, затем в эксикаторе. Подготовленные для анализа тигли с щелочью хранят в эксикаторе.

Срок годности подготовленных тиглей — не более 14 дней.

8.4.3.6 Приготовление раствора сульфосалициловой кислоты с массовой долей 10 %

10,00 г сульфосалициловой кислоты растворяют в 90 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, тщательно перемешивают и фильтруют через фильтр «синяя лента». Раствор хранят в стеклянной посуде. Срок годности раствора — 3 мес.

При изменении внешнего вида раствора (появлении мути, осадка и др.) раствор необходимо заменить на свежеприготовленный.

8.4.3.7 Приготовление спиртового раствора гидроксида натрия с массовой долей 1 %

1,00 г гидроксида натрия растворяют в 125 см<sup>3</sup> этилового спирта, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в стеклянной посуде. Срок годности раствора — 6 мес.

8.4.3.8 Приготовление раствора сульфата меди молярной концентрации меди  $c(\text{Cu}) = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup>

В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают 2,50 г пятиводного сульфата меди, добавляют цилиндром 100 см<sup>3</sup> теплой (примерно 60 °С) дистиллированной воды, перемешивают, охлаждают, прибавляют градуированной пипеткой 2 см<sup>3</sup> серной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Полученный раствор фильтруют через фильтр «синяя лента». Раствор хранят в полиэтиленовой или стеклянной посуде.

Срок годности раствора — 3 мес.

Точную концентрацию меди в растворе сульфата меди устанавливают по 8.4.3.13 не реже 1 раза в месяц.

8.4.3.9 Приготовление буферного раствора со значением pH = 4,8—5,5 ед. pH

Навеску 100,00 г уксуснокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают примерно 150 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, перемешивают, добавляют цилиндром 24,5 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и измеряют значение pH раствора pH-метром. Если значение pH раствора не соответствует указанному значению pH = 4,8—5,5 ед. pH, добавляют к раствору уксуснокислый натрий или уксусную кислоту с последующей проверкой pH буферного раствора на pH-метре.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок годности раствора — 3 мес.

8.4.3.10 Приготовление спиртового раствора индикатора ПАН

Навеску 0,1 г ПАН помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки этиловым спиртом, тщательно перемешивают. Раствор хранят в плотно закрытой стеклянной посуде. Срок годности раствора — 3 мес.

8.4.3.11 Приготовление раствора соляной кислоты, разбавленной в объемном соотношении 1:1

В стакан или коническую колбу наливают цилиндром 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, осторожно при перемешивании добавляют цилиндром 100 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты. Полученный раствор охлаждают, тщательно перемешивают. Раствор хранят в стеклянной посуде.

Срок годности раствора — 3 мес.

8.4.3.12 Установление точной концентрации раствора трилона Б  $C_{\text{ТрБ}}$  (ди-Na-ЭДТА) = 0,0125 моль/дм<sup>3</sup> по раствору нитрата цинка

Отбирают пипеткой три аликвоты по 5 см<sup>3</sup> раствора нитрата цинка (см. 8.4.3.4), помещают в три конические колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> каждая, прибавляют цилиндром в каждую колбу 70 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 5 см<sup>3</sup> буферного раствора (см. 8.4.3.15), 0,7—1,5 г индикаторной смеси эриохрома черного Т (см. 8.4.3.14). Раствор перемешивают и титруют из бюретки раствором трилона Б до перехода фиолетово-красной окраски в синюю.

Точное значение молярной концентрации раствора трилона Б  $C_{\text{ТрБ}}$ , моль/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C_{\text{ТрБ}} = \frac{C_{\text{Zn}} \cdot V_{\text{Zn}}}{V_{\text{ТрБ}}}, \quad (6)$$

где  $C_{\text{Zn}}$  — значение молярной концентрации цинка в растворе нитрата цинка (см. 8.4.3.4), моль/дм<sup>3</sup>;  
 $V_{\text{Zn}}$  — объем (аликвота) раствора нитрата цинка, отобранный(ая) для титрования, см<sup>3</sup>;  
 $V_{\text{ТрБ}}$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

Для дальнейших вычислений используют среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений. Точное значение молярной концентрации раствора трилона Б устанавливают не реже одного раза в месяц.

8.4.3.13 Установление точной концентрации меди  $C_{\text{Cu}}$ , моль/дм<sup>3</sup>, в растворе сульфата меди по раствору трилона Б

В три конические колбы бюреткой помещают три аликвоты по 15 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, концентрацию которого установили по 8.4.3.12, добавляют цилиндром в каждую колбу 70 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 20 см<sup>3</sup> буферного раствора (см. 8.4.3.9), нагревают до кипения и кипятят в течение 2 мин. Добавляют 4—5 капель спиртового раствора индикатора ПАН (см. 8.4.3.10) и горячий раствор (медленно по каплям при энергичном перемешивании), титруют раствором сульфата меди (см. 8.4.3.8) до перехода окраски раствора из желто-зеленой в фиолетовую.

Точную молярную концентрацию меди  $C_{\text{Cu}}$ , моль/дм<sup>3</sup>, в растворе сульфата меди вычисляют по формуле

$$C_{\text{Cu}} = \frac{C_{\text{ТрБ}} \cdot V_{\text{ТрБ}}}{V_{\text{Cu}}}, \quad (7)$$

где  $C_{\text{ТрБ}}$  — точная молярная концентрация раствора трилона Б, моль/дм<sup>3</sup>;  
 $V_{\text{ТрБ}}$  — объем (аликвота) раствора трилона Б, отобранный(ая) для титрования, см<sup>3</sup>;  
 $V_{\text{Cu}}$  — объем раствора сульфата меди, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

Для дальнейших вычислений используют среднеарифметическое значение результатов трех параллельных определений. Точную концентрацию меди в растворе сульфата меди устанавливают не реже одного раза в месяц.

## 8.4.3.14 Приготовление индикаторной смеси эриохрома черного Т

0,25 г эриохрома черного Т смешивают с 50,00 г предварительно растертого хлористого натрия и тщательно растирают в ступке до получения однородной смеси.

Хранят в стеклянной посуде. Срок годности смеси — не более одного года.

## 8.4.3.15 Приготовление буферного раствора со значением рН = 9,5—10,0 ед. рН

70,00 г хлористого аммония взвешивают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в 300 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, прибавляют цилиндром 250 см<sup>3</sup> водного аммиака, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и измеряют значение рН раствора рН-метром. Если значение рН раствора не соответствует значению рН = 9,5—10,0 ед. рН, добавляют к раствору хлористый аммоний или аммиак с последующей проверкой рН буферного раствора на рН-метре.

Хранят в стеклянной посуде. Срок годности раствора — 3 мес.

## 8.4.4 Проведение анализа

В приготовленный по 8.4.3.5 стальной или стеклогуглеродный тигель вносят 0,25 г анализируемого продукта, подготовленного по 8.4.3.1. Результат взвешивания навески записывают до четвертого десятичного знака.

Навеску в тигле смачивают двумя каплями спиртового раствора гидроксида натрия (см. 8.4.3.7), подсушивают на электрической плитке в течение 3 мин и сплавляют в закрытом тигле в электропечи в течение 30 мин при температуре (450 ± 10) °С. Плав распределяют по стенкам тигля и охлаждают на воздухе. Охлажденный тигель с плавом обмывают небольшими порциями горячей (почти кипящей) дистиллированной воды, собирая промывные воды в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> (общий объем воды для растворения плава — 100—150 см<sup>3</sup>). Затем в стакан с раствором добавляют цилиндром 20 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия (см. 8.4.3.2) и кипятят в течение 2—4 мин с момента закипания раствора. Раствор охлаждают на водяной бане или в кристаллизационной чашке с проточной водой до комнатной температуры, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор фильтруют через пять складчатых беззольных фильтров «синяя лента». В зависимости от предполагаемого содержания алюминия в пробе отбирают пипеткой 25 или 50 см<sup>3</sup> фильтрата в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, нейтрализуют раствором соляной кислоты (см. 8.4.3.11) до перехода окраски индикаторной бумаги конго красный из красного в сиреневый цвет. К полученному раствору добавляют пипеткой 0,5 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты (см. 8.4.3.6). Если в титруемом растворе содержатся ионы железа, то образуется сульфосалицилат железа, который окрашивает раствор в буровато-розовый цвет. В этом случае к раствору медленно (по каплям при перемешивании) добавляют раствор трилона Б (см. 8.4.3.3) до обесцвечивания раствора. В расчет это количество трилона Б не принимают. Затем в колбу добавляют медленно по каплям из бюретки 20 см<sup>3</sup> трилона Б (см. 8.4.3.3) и цилиндром 20 см<sup>3</sup> буферного раствора (см. 8.4.3.9). Колбу с раствором нагревают на плитке до кипения, кипятят в течение 2—3 мин. Затем в горячий раствор при перемешивании добавляют 2—4 капли раствора индикатора ПАН (см. 8.4.3.10) и медленно по каплям, энергично перемешивая раствор, титруют раствором сульфата меди (см. 8.4.3.8) до перехода желто-зеленой окраски раствора в фиолетовую. Записывают объем раствора сульфата меди, израсходованной на титрование.

Анализ выполняют с использованием минимум двух параллельных навесок.

## 8.4.5 Обработка результата

Массовую долю общего оксида алюминия (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) X<sub>2</sub>, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(C_{\text{ТрБ}} \cdot V_{\text{ТрБ1}} - C_{\text{Cu}} \cdot V_{\text{Cu}}) \cdot 250 \cdot 50,98 \cdot 100}{1000 \cdot m \cdot V_{\text{ар}}}, \quad (8)$$

где C<sub>ТрБ</sub> — точная концентрация раствора трилона Б, моль/дм<sup>3</sup>;

V<sub>ТрБ1</sub> — объем добавленного раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;

C<sub>Cu</sub> — точная концентрация меди в растворе сульфата меди, моль/дм<sup>3</sup>;

V<sub>Cu</sub> — объем раствора сульфата меди, израсходованный на титрование избытка трилона Б, см<sup>3</sup>;

250 — объем мерной колбы при разложении навески, см<sup>3</sup>;

50,98 — молярная масса эквивалента оксида алюминия, г/моль;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

1000 — коэффициент пересчета из дм<sup>3</sup> в см<sup>3</sup>;

m — навеска руды, отобранная для анализа, г;

V<sub>ар</sub> — объем (аликвота) анализируемого раствора, отобранный(ая) на титрование, см<sup>3</sup>.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (расхождение между параллельными определениями относительно их среднеарифметического значения не превышает значения предела повторяемости  $r_o$  или критического диапазона  $CR_{0,95}(3)_{,o}$ , приведенных в таблице 4). Если расхождение между максимальным и минимальным значениями для трех параллельных определений относительно их среднеарифметического значения превышает значение критического диапазона  $CR_{0,95}(3)_{,o}$ , то за окончательный результат анализа принимают медиану (срединное значение из трех результатов параллельных определений, ранжированных по возрастанию).

Т а б л и ц а 4 — Метрологические характеристики и диапазоны измерений

В процентах

Диапазон измерений массовой доли общего оксида алюминия ( $Al_2O_3$ )	Границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95 \pm \delta$	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости $\sigma_{r,o}$	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости $\sigma_{R,o}$	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов параллельных определений) $r_o$	Критический диапазон (относительное значение допускаемого расхождения для трех результатов параллельных определений) $CR_{0,95}(3)_{,o}$	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости) $R_o$
От 2,0 до 30,0 включ.	10	3	5	9	10	14

## 8.5 Определение массовой доли воды

### 8.5.1 Сущность метода

Метод измерений — гравиметрический. Метод основан на измерении потери массы руды при высушивании анализируемой пробы при температуре  $(105 \pm 3) ^\circ\text{C}$  до постоянной массы.

### 8.5.2 Аппаратура, посуда

Часы электронные по ГОСТ 23350 или таймер любого типа по соответствующим нормативным документам.

Психрометр универсальный по соответствующим нормативным документам диапазоном измерений относительной влажности от 20 % до 90 % и с абсолютной погрешностью измерений не более  $\pm 7$  %.

Барометр по соответствующим нормативным документам диапазоном измерений давления атмосферного воздуха от 810 до 1050 гПа и с абсолютной погрешностью измерений не более  $\pm 2$  гПа.

Весы электронные по ГОСТ OIML R 76-1 высокого (II) класса точности ( $M_{\text{max}} = 2200$  г,  $e = 0,01$  г).

Шкаф сушильный лабораторный с автоматическим регулированием температуры в диапазоне от  $50 ^\circ\text{C}$  до  $300 ^\circ\text{C}$ , обеспечивающий стабильность температуры в установленном тепловом режиме  $\pm 3 ^\circ\text{C}$ . Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный осушителем (хлористый кальций или силикагель).

Противень из стали размером  $150 \times 150 \times 80$  мм.

Совок химический лабораторный  $115 \times 32 \times 185$  мм.

Кальций хлористый, прокаленный при температуре от  $250 ^\circ\text{C}$  до  $300 ^\circ\text{C}$  в течение 2 ч.

Силикагель-индикатор по ГОСТ 8984, высушенный при температуре от  $115 ^\circ\text{C}$  до  $125 ^\circ\text{C}$ .

### 8.5.3 Подготовка к анализу

#### 8.5.3.1 Подготовка проб

Точечные пробы руды, полученные по 8.1.2.4, соединяют вместе в объединенную пробу массой примерно 10 кг, тщательно перемешивают и сокращают методом последовательного квартования до проб массой примерно по 1 кг каждая. Три пробы помещают в емкости с плотно закрывающейся крышкой и используют для анализа, оставшиеся пробы передают на хранение. На емкость наклеивают этикетку с указанием наименования продукта, места отбора, номера пробы, даты и времени отбора пробы.

#### 8.5.3.2 Подготовка противней

Противни для высушивания проб руды сушат в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре  $(105 \pm 3) ^\circ\text{C}$ , охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Результат взвешивания записывают до второго десятичного знака.

Постоянной считают массу, если разность между двумя последовательными взвешиваниями не превышает значения  $0,2$  г.

### 8.5.4 Проведение анализа

На подготовленный по 8.5.3.2 противень помещают полную пробу (навеску) руды массой примерно 1 кг (см. 8.5.3.1), равномерно распределяют пробу по всей поверхности противня и взвешивают. Результаты всех взвешиваний записывают до второго десятичного знака. Противень с навеской сушат в сушильном шкафу при температуре  $(105 \pm 3) ^\circ\text{C}$  до постоянной массы. Первое взвешивание выполняют после двух часов сушки, последующие — через каждый час. Перед каждым взвешиванием пробу охлаждают в эксикаторе в течение одного часа до комнатной температуры.

Постоянной считают массу, если разность между двумя последовательными взвешиваниями не превышает значения 2 г.

Анализ массовой доли воды выполняют с использованием минимум двух параллельных навесок.

### 8.5.5 Обработка результатов

Массовую долю воды  $X_3$ , %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(M - M_2) \cdot 100}{M - M_1}, \quad (9)$$

где  $M$  — масса противня с навеской руды до высушивания, г;

$M_2$  — масса противня с навеской руды после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета на процентную концентрацию;

$M_1$  — масса противня, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (расхождение между параллельными определениями относительно их среднеарифметического значения не превышает значения предела повторяемости  $r_o$  или критического диапазона  $CR_{0,95}(3)_{,o}$ , приведенных в таблице 5). Если расхождение между максимальным и минимальным значениями для трех параллельных определений относительно их среднеарифметического значения превышает значение критического диапазона  $CR_{0,95}(3)_{,o}$ , то за окончательный результат анализа принимают медиану (срединное значение из трех результатов параллельных определений, ранжированных по возрастанию).

Т а б л и ц а 5— Метрологические характеристики и диапазоны измерений

В процентах

Диапазон измерений массовой доли воды	Границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95 \pm \delta$	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости $\sigma_{r,o}$	Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости $\sigma_{R,o}$	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов параллельных определений) $r_o$	Критический диапазон (относительное значение допускаемого расхождения для трех результатов параллельных определений) $CR_{0,95}(3)_{,o}$	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости) $R_o$
От 0,5 до 6,0 включ.	24	11	12	30	36	33

### 8.6 Определение максимальной крупности кусков

Измерение определяют рулеткой по наибольшему параметру куска.

### 8.7 Определение эффективной удельной активности радионуклидов

8.7.1 Определение эффективной удельной активности радионуклидов проводят гамма-спектрометрическим методом по ГОСТ 30108 или масс-спектральным методом, или другими методами, или по методам, утвержденным органами государственного санитарного надзора, и вычисляют по формуле согласно санитарным правилам и нормативам [13]

$$A = A_U + 1,3 \cdot A_{Th} + 0,09A_K, \quad (10)$$

где  $A$  — удельная активность радионуклидов, Бк/кг;

$A_U$ ,  $A_{Th}$  и  $A_K$  — удельные активности урана-238 (радия-226), тория-232 (тория-228) и калия-40, находящихся в радиоактивном равновесии с остальными членами уранового и ториевого рядов, соответственно, Бк/кг.

## 9 Транспортирование и хранение

9.1 На рудниках и карьерах апатит-нефелиновую руду транспортируют всеми видами внутрирудничного и внутрикарьерного транспорта. За пределы шахтного поля с подземных рудников и открытых карьеров руду на обогатительные фабрики транспортируют насыпью в вагонах-самосвалах (дмпкарах) в соответствии с ГОСТ 22235 и правилами перевозок грузов железнодорожным транспортом [14], [15], а также самосвалами и конвейерным транспортом.

9.2 Апатит-нефелиновую руду хранят на открытых складах карьеров и/или в рудопусках, рудопускных шахтах, бункерах на подземных рудниках.

## 10 Гарантии изготовителя

10.1 Изготовитель гарантирует соответствие апатит-нефелиновой руды требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

10.2 Срок хранения — не ограничен.

### Приложение А (справочное)

#### Массовые доли оксида фосфора и общего оксида алюминия по месторождениям апатит-нефелиновой руды (в сухом продукте)

Таблица А.1

Наименование месторождения	Массовая доля оксида фосфора (P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ), %	Массовая доля общего оксида алюминия (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ), %
Кукисвумчоррское	4,0—29,78	6,03—20,88
Юкспорское	4,0—29,14	6,87—22,1
Апатитовый цирк	4,0—28,79	6,56—23,83
Плато Расвумчорр	2,0—28,79	6,56—23,83
Коашвинское	4,0—28,95	6,37—24,06
Ньоркпахкское	2,0—23,05	5,1—20,88
Олений ручей	4,0—20,35	4,49—19,03
Партомчорр	4,0—23,07	14,5—22,5
Куэльпор	4,0—24,0	10,78—19,44
Эвеслогчорр	4,0—14,65	4,47—25,03

## Библиография

- |      |  |  |
|------|--|--|
| [1]  | Санитарные правила и нормативы СанПиН 2.6.1.2800—10    | Гигиенические требования по ограничению облучения населения за счет источников ионизирующего излучения   |
| [2]  | Санитарные правила и нормативы СП 2.6.1.2612—10        | Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ 99/2010)   |
| [3]  | Гигиенические нормативы ГН 2.2.5.3532—18               | Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны   |
| [4]  | Руководство Р 2.2.2006—05                              | Гигиена труда. Руководство по гигиенической оценке факторов рабочей среды и трудового процесса. Критерии и классификация условий труда (Приложение 9. Общие методические требования к организации и проведению контроля содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны)   |
| [5]  | Методические указания МУК 4.1.2468—09                  | Методы контроля. Химические факторы. Измерение массовых концентраций пыли в воздухе рабочей зоны предприятий горнорудной и нерудной промышленности   |
| [6]  | Федеральные нормы и правила в области промбезопасности | Правила безопасности при ведении горных работ и переработке твердых полезных ископаемых (утверждены Приказом Ростехнадзора № 599 от 11 декабря 2013 г.)  |
| [7]  | Инструкция РД 06-572—03                                | Инструкция по безопасной эксплуатации электроустановок в горнорудной промышленности  |
| [8]  | Санитарные правила № 3905—85                           | Санитарные правила для предприятий по добыче и обогащению рудных, нерудных и россыпных полезных ископаемых (утверждены главным государственным санитарным врачом 28 июня 1985 г.)  |
| [9]  | Санитарные правила СП 2.2.2.1327—03                    | Гигиенические требования к организации технологических процессов, производственному оборудованию и рабочему инструменту  |
| [10] | Межотраслевые правила                                  | Межотраслевые правила обеспечения работников специальной одеждой, специальной обувью и другими средствами индивидуальной защиты (утверждены Приказом от 1 июня 2009 г. № 290н Минздравсоцразвития России)  |
| [11] | Типовые нормы  | Типовые нормы бесплатной выдачи специальной одежды, специальной обуви и других средств индивидуальной защиты работникам химических производств, занятым на работах с вредными и/или опасными условиями труда, а также на работах, выполняемых в особых температурных условиях или связанных с загрязнением (утверждены Приказом от 11 августа 2011 г. № 906н Минздравсоцразвития России) |
| [12] | Санитарные правила и нормы СанПиН 2.1.5.980—00         | Водоотведение населенных мест, санитарная охрана водных объектов. Гигиенические требования к охране поверхностных вод  |
| [13] | Санитарные правила и нормативы СанПиН 2.6.1.2523—09    | Нормы радиационной безопасности НРБ—99/2009  |
| [14] | Правила перевозок грузов                               | Правила перевозок грузов железнодорожным транспортом насыпью и навалом (утверждены Приказом Минтранса России от 26 сентября 2016 г. № 281; зарегистрированы в Минюсте России 20 декабря 2016 г. № 44804)   |
| [15] | Правила перевозок грузов                               | Правила перевозок железнодорожным транспортом грузов в открытом подвижном составе (утверждены Приказом МПС РФ от 16 июня 2003 г. № 19; зарегистрированы в Минюсте РФ 19 июня 2003 г. № 4740)   |

УДК 622.369:006.354

ОКС 73.080

ОКПД 2 08.91.19

Ключевые слова: добытые апатит-нефелиновые руды, технические условия, безопасность, методы анализа, транспортирование, хранение

---

**БЗ 10—2019/116**

Редактор *Л.И. Нахимова*  
Технический редактор *И.Е. Черепкова*  
Корректор *О.В. Лазарева*  
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 21.10.2019. Подписано в печать 21.11.2019. Формат 60×84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>. Гарнитура Ариал.  
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,51. Тираж 40 экз. Зак. 659.  
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

---

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)