ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ ТИПА ЖЕЛЕЗИСТЫХ КВАРЦИТОВ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА МАГНЕТИТА

ГОСТ 16589—86

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. А. Арсентьев, В. П. Маковей, Ю. Л. Грицай, М. И. Попова, (руководитель темы), **Д. В. Перлин, Н. А. Тихонова**

ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

Зам. министра **В. Г. Антипин**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 сентября 1986 г. № 2837

УДК 622.341.1.543.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ ТИПА ЖЕЛЕЗИСТЫХ КВАРЦИТОВ

Метод определения железа магнетита

Iron ores of iron quartzite type.
Method for determination of magnetite iron

ГОСТ 16589—86

Взамен ГОСТ 16589—71

ОКСТУ 0709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 сентября 1986 г. № 2837 срок действия установлен

с 01.01.88
до 01.01.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на железные руды типа железистых кварцитов (неокисленных и слабоокисленных), продукты их обогащения и устанавливает методы определения железа магнетита при массовой доле его более 1%.

Метод основан на количественном выделении магнитной фракции из навески пробы железной руды, концентрата, хвостов обогащения с последующим отделением магнетита от минералов, содержащих двухвалентное железо (в виде карбонатных, силикатных соединений), металлического железа, внесенного при подготовке проб, обработкой магнитной фракции раствором азотной кислоты с молярной концентрацией 0,3 моль/дм^3 и титровании двухвалентного железа магнетита раствором двухромовокислого калия в присутствии индикатора дифениламиносульфоната натрия. Влияние пирротина устраняют селективным растворением его перекисью водорода.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Пробу отбирают, подготавливают по ГОСТ 15054—80 и доизмельчают до крупности не более 0,1 мм.

1.2. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23581.0–80.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1987

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

шкаф сушильный с электрообогревом и терморегулятором;

магнит ручной с напряженностью поля 1300—1500 Э;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1 : 1;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1 : 1;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77, раствор с молярной концентрацией 0,3 моль/дм^3;

перекись водорода по ГОСТ 10929—76;

натрий двууглекислый по ГОСТ 4201—79;

смесь кислот: к 800 см^3 воды приливают 100 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 1, затем 50 см^3 ортофосфорной кислоты;

дифениламин-4 сульфокислоты натриевая соль (дифениламиносульфат натрия) индикатор, раствор 0,8 г/дм^3 : 0,08 г дифениламиносульфоната натрия растворяют в 100 см^3 воды;

калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75. Если двухромовокислый калий имеет квалификацию «ч. д. а», его необходимо перекристаллизовать следующим образом: 100 г двухромовокислого калия растворяют в 150 см^3 воды при нагревании до кипения. Энергично размешивая, раствор вливают тонкой струей в фарфоровую чашку для получения мелких кристаллов. Охлаждают раствор ледяной водой и выпавшие кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на воронке с пористой стеклянной пластинкой, сушат 2—3 ч при температуре 100—105°С, растирают в порошок и окончательно высушивают при 180—200°С в течение 10—12 ч;

титрованные растворы двухромовокислого калия: 4,3898 г (раствор А) или 1,7560 г (раствор Б) двухромовокислого калия, высушенного при 180—200°С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 300 см^3 и растворяют в 100 см^3 воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А соответствует 0,005 г железа;

1 см^3 раствора Б соответствует 0,002 г железа.

Массовую концентрацию рабочих растворов двухромовокислого калия можно определить по стандартным образцам. Для этого берут навеску соответствующего стандартного образца и проводят определение по п. 3 ГОСТ 23581.18—81.

Массовую концентрацию (C) в граммах на кубический сантиметр рабочего раствора двухромовокислого калия по железу вычисляют по формуле

$$C = \frac{X \cdot m}{V \cdot 100},$$

где X — массовая доля железа в процентах в стандартном образце;

m — масса навески стандартного образца, г;

V — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование, см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Определение железа магнетита при содержании пирротина не более 1%

3.1.1. Навеску руды, концентрата, хвостов обогащения массой 1 г при массовой доле железа магнетита до 5%, 0,5 г при массовой доле более 5%, измельченных до крупности не более 0,1 мм, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 30—40 см³ воды, подносят к дну колбы магнит и круговым движением тщательно перемешивают содержимое колбы. После отстаивания в течение 2—3 ч, не отрывая магнит от дна колбы, сливают немагнитную фракцию в стакан. Магнитную фракцию промывают до получения прозрачной промывной воды. Немагнитную фракцию подвергают не менее, чем двукратной перечистке до полного извлечения магнетита, который присоединяют к основной части магнитной фракции. Воду из колбы сливают, удерживая магнитную фракцию на дне магнитом.

3.1.2. К магнитной фракции приливают 50 см³ раствора азотной кислоты и ставят колбу на кипящую водяную баню, периодически перемешивая ее содержимое. Через 30 мин колбу снимают, раствор сливают в стакан, удерживая магнетит на дне колбы магнитом. Затем магнетит промывают 3—4 раза 25 см³ воды для удаления азотной кислоты.

3.1.3. В колбу добавляют 2 г двууглекислого натрия, приливают 25 см³ разбавленной соляной кислоты, закрывают пробкой, в которую вставлена стеклянная трубка с оттянутым концом или клапаном Бунзена, и кипятят до растворения магнетита (5—7 мин), не допуская прекращения кипения во избежание попадания воздуха в колбу.

3.1.4. После растворения колбу снимают с плиты, удаляют пробку, обмыв ее водой, быстро приливают 100 см³ смеси кислот и перемешивают. После охлаждения раствора в колбу добавляют 2 см³ раствора дифениламиносульфоната натрия и титруют раствором двухромовокислого калия до появления темно-фиолетовой окраски, устойчивой в течение нескольких секунд. При массовой доле железа магнетита в анализируемом материале до 20% для титрования берут раствор Б, при массовой доле железа магнетита более 20% — раствор А. Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

3.2. Определение железа магнетита при содержании пирротина более 1%

3.2.1. К выделенной магнитной фракции (п. 3.1.1) приливают 25 см³ перекиси водорода, 1 см³ разбавленной серной кислоты и перемешивают при комнатной температуре в течение 60 мин. Раствор сливают в стакан, удерживая магнитную фракцию на дне колбы магнитом и промывают ее 3—4 раза 25 см³ воды для удаления перекиси водорода.

3.2.2. К магнитной фракции приливают 50 см³ раствора азотной кислоты и далее продолжают анализ, как указано в п. 3.1.2.

Примечания.

1. Из навески концентрата, содержащего железа магнетита более 60% магнитную фракцию можно не выделять.

Исходную навеску помещают в колбу вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ раствора азотной кислоты и далее поступают, как указано в п. 3.1.2.

При наличии в концентрате пирротина более 1% навеску предварительно обрабатывают перекисью водорода, как указано в п. 3.2.1, а затем азотной кислотой, как указано в п. 3.1.2.

2. Допускается применение механизированных средств выделения магнитной фракции при условии соблюдения установленных стандартом допустимых расхождений, указанных в таблице.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю двухвалентного железа магнетита (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C(V_1 - V_2) \cdot 100}{m_1},$$

где C — массовая концентрация раствора двухромовокислого калия по железу, г/см³;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_2 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

m_1 — масса навески, г.

4.2. Массовую долю двухвалентного железа магнетита пересчитывают на общее железо (X_2) в процентах по формуле

$$X_2 = X_1 \cdot K,$$

где K — отношение общего железа к двухвалентному в магнетите.

Примечание. В магнетитах железистых кварцитов К-3.

4.3. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля железа магнетита, %	Допускаемые расхождения, %
До 2	0,3
Св. 2 » 5	0,4
» 5 » 15	0,6
» 15 » 30	0,7
» 30 » 50	0,8
» 50	0,9

gost.e-ecolog.ru

Редактор *А. А. Зимовнова*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *Б. А. Мурадов*

Сдано в наб. 18.10.86 Подп. в печ. 25.11.86 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,31 уч.-изд. л. Тираж 6000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 2783