УДК 622.341.1:546.722-31.06 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Вне серии изделия ИУС 10-85

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

Метод определения двухвалентного железа в пересчете на закись

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets. Method for the determination of divalent iron calculated as ferrous oxide

ГОСТ 23581.3—79*

(СТ СЭВ 2847—81)

Взамен ГОСТ 12748—67

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 апреля 1979 г. № 1500 срок действия установлен

с 01.01.81

до 01.01.86

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

до 01.01.96 ИУС

Настоящий стандарт распространяется на железные руды, концентраты, агломераты и окатыши, не содержащие серни-

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание. Сентябрь 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в марте 1982 г. (ИУС № 7 1982 г.)*

gost.e-ecolog.ru

стых соединений, и устанавливает титриметрический метод определения двухвалентного железа в пересчете на закись при массовой доле от 0,5 до 45 %.

Метод основан на титровании двухвалентного железа раствором двухромовокислого калия в присутствии индикатора дифениламиносульфоната натрия.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2847—81.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа по ГОСТ 23581.0—80.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, раствор 400 г/дм³ (хранят в полиэтиленовом сосуде);

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76;

натрий двууглекислый по ГОСТ 4201—79 и раствор 40 г/дм³;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 2:1;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:1, 1:9;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80;

смесь кислот: к 800 см³ воды приливают 100 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, затем 100 см³ ортофосфорной кислоты;

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 см³ воды при нагревании до кипения. Энергично размешивая, раствор выливают 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: 3,4122 г (раствор А) или 1,3649 г (раствор Б) двухромовокислого калия, высушенного при 180—200 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют в 100 см³ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А соответствует 0,005 г закиси железа.

1 см³ раствора Б соответствует 0,002 г закиси железа;

дифениламин-4 сульфокислоты натриевая соль (дифениламиносульфонат натрия) индикатор, раствор 0,8 г/дм³: 0,08 г дифениламиносульфоната натрия растворяют в 100 см³ воды.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску руды, концентрата или агломерата массой 1 г при массовой доле закиси железа до 2,5 %, 0,5 г при массовой доле от 2,5 до 5 % или 0,25 г при массовой доле более 5 % помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 0,5 г фтористого натрия или 1 см³ раствора фтористого аммония и 2 г двууглекислого натрия, приливают 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 2:1, и быстро закрывают колбу пробкой с отводной трубкой. Вместо отводной трубки можно использовать насадку Конта—Геккеля. Конец отводной трубки помещают в стакан вместимостью 100 см³, содержащий 20—30 см³ раствора двууглекислого натрия. Содержимое колбы быстро нагревают до кипения и слабо кипятят в течение 20—40 мин, пока объем раствора не уменьшится примерно наполовину. При растворении не допускается прекращение кипения во избежание засасывания раствора двууглекислого натрия и попадания воздуха в реакционную колбу.

3.2. После растворения, не вынимая отводной трубки из стакана с раствором двууглекислого натрия, колбу снимают с плиты и быстро охлаждают. При охлаждении раствор двууглекислого натрия засасывается в колбу. В стакан приливают 100 см³ смеси кислот, которая также засасывается в колбу. После охлаждения раствора колбу открывают, добавляют 2 см³ раствора дифениламиносульфоната натрия и титруют раствором двухромовокислого калия до появления темно-фиолетовой окраски, устойчивой в течение нескольких секунд. При массовой доле закиси железа в анализируемом материале до 15 % для титрования берут раствор Б, при массовой доле закиси железа более 15 % — раствор А.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

Допускается установление конца титрования с использованием потенциометра с насыщенным каломельным и платиновым электродами.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. При содержании в пробе металлического железа, анализ проводят следующим образом: навеску массой, указанной в п. 3.1, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 0,1 г двууглекислого натрия, 10—15 см³ серной кислоты, разбавленной 1:9, накрывают часовым стеклом, нагревают до кипения и кипятят в течение 5 мин. Затем в колбу прибавляют 0,5 г

фтористого натрия, 2 г двууглекислого натрия и далее продолжают, как указано в пп. 3.1; 3.2. Металлическое железо определяют по ГОСТ 23581.11—79 и вносят поправку в результат определения закиси железа.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю закиси железа (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{T(V-V_1)\cdot K\cdot 100}{m},$$

где T—титр раствора двухромовокислого калия по закиси железа;

V—объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_1—объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

m—масса навески, г;

K—коэффициент пересчета содержания закиси железа на содержание ее в сухом материале, вычисленный по формуле

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

где W_r —массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1—79, %.

4.2. Массовую долю закиси железа (X) в процентах, в пробах, содержащих металлическое железо, вычисляют по формуле

$$X = \frac{T(V-V_1)\cdot K\cdot 100}{m} - 1{,}29X_1,$$

где 1,29—коэффициент пересчета железа металлического на закись железа;

X_1—массовая доля металлического железа, %.

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

Массовая доля закиси железа, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,5 до 1	0,1
Св. 1 » 2	0,15
» 2 » 5	0,2
» 5 » 10	0,25
» 10 » 20	0,3
» 20 » 30	0,35
» 30 » 45	0,4

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 23581.3—79 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Метод определения двухвалентного железа в пересчете на закись

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 04.07.85 № 2135 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0709.

Пункт 2.1. Пятый абзац изложить в новой редакции: «кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 2:1».

Пункт 3.1 изложить в новой редакции: «3.1. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 1 г при массовой доле закиси железа до 2,5 %, 0,5 г при массовой доле от 2,5 до 5 % или 0,25 г при массовой доле более 5 % помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 0,5 г фтористого натрия или 1 см³ раствора фтористого аммония и 2 г двууглекислого натрия, приливают 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 2:1, или

(Продолжение см. с. 50)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23581.3—79)

20 см³ соляной кислоты (1.19), и быстро закрывают колбу пробкой с отводной трубкой. Вместо отводной трубки для изоляции раствора от воздуха можно использовать гидрозатвор любой конструкции, заполненный содовым раствором (например, насадку Конта-Генкеля), или клапан Бунзена. Конец отводной трубки помещают в стакан вместимостью 100 см³, содержащий 20—30 см³ раствора двууглекислого натрия. Содержимое колбы быстро нагревают до кипения и слабо кипятят до полного разложения навески. При растворении не допускается прекращение кипения во избежание засасывания раствора двууглекислого натрия и попадания воздуха в реакционную колбу».

Пункт 3.2. Первый абзац после слов «нескольких секунд» изложить в новой редакции: «При массовой доле закиси железа до 2,5 % раствор переводят в коническую колбу вместимостью 500 см³, доводят объем раствора водой до 300 см³, добавляют 3 см³ раствора дифениламиносульфоната натрия и титруют раствором двухромовокислого калия, как указано выше».

Пункт 4.3. Исключить слово: «параллельных».

(ИУС № 10 1985 г.)

gost.e-ecolog.ru