ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57672— 2017

ПЫЛИ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

Методы измерений массовой доли железа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 503 «Медь»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 сентября 2017 г. № 1138-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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЫЛИ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

Методы измерений массовой доли железа

Dusts of non-ferrous metallurgy enterprises. Methods of iron mass content measuring

Дата введения — 2018—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пыли металлургических предприятий цветной металлургии и устанавливает титриметрические (комплексонометрический и дихроматный) методы измерений массовой доли железа в диапазоне от 1,00 % до 35,00 %.

Общие требования к методам измерений и требования безопасности при выполнении измерений, контролю точности результатов измерений — по ГОСТ 32221, ГОСТ Р 53198, отбор и подготовка проб для измерений — по нормативным документам на конкретную продукцию.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2053 Реактивы. Натрий сернистый 9-водный. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3765 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 3769 Реактивы. Аммоний сернокислый. Технические условия

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4201 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220 Реактивы. Калий двухромовокислый. 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 4518 Реактивы. Аммоний фтористый. Технические условия

ГОСТ 6552 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 20490 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

Издание официальное

ГОСТ 27067 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

ГОСТ 29169 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32221 Концентраты медные. Методы анализа

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода лабораторная для анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 53198 Руды и концентраты цветных металлов. Общие требования к методам анализа

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

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 этого 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 Характеристики показателей точности измерений

Точность измерений массовой доли железа соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Значения показателя точности измерений, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли железа при доверительной вероятности $P = 0,95$

В процентах

Диапазон измерений массовой доли железа	Показатель точности ± Δ	Предел (абсолютные значения)	
		повторяемости r ($n = 2$)	воспроизводимости R
От 1,00 до 2,00 включ.	0,10	0,10	0,14
Св. 2,00 » 4,00 »	0,20	0,19	0,28
» 4,00 » 8,00 »	0,25	0,24	0,35
» 8,00 » 16,00 »	0,30	0,29	0,42
» 16,00 » 35,00 »	0,50	0,49	0,70

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

- печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева до 1000 °С;
- pH-метр со стеклянным электродом;
- весы специального класса точности по ГОСТ Р 53228 с дискретностью 0,0001 г;
- автоматический титратор с фотометрической и (или) потенциометрической индикацией конечной точки титрования;
- плиту нагревательную по [1], обеспечивающую температуру нагрева не менее 350 °С или аналогичную;

- колбы мерные 2-100-2; 2-500-2; 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2-100-34 ТХС; Кн-2-250-34 ТХС; Кн-2-500-34 ТХС по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1-100 ТС; В(Н)-1-250 ТХС; В(Н)-1-400 ТХС; В(Н)-1-1000 ТХС; В(Н)-1-2000 ТХС по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- крышки, чашки фарфоровые по ГОСТ 9147;
- воронку с пористой пластинкой;
- посуду из полимерных материалов;
- тигли корундовые по [2];
- бюретки 1-1-2-25-0,1; 1-1-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1;
- аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор массовой концентрации 20 г/дм^3;
- аммоний сернокислый по ГОСТ 3769;
- аммоний фтористый по ГОСТ 4518 и раствор 400 г/дм^3 (хранят в полиэтиленовой посуде);
- водорода пероксид по ГОСТ 10929;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709 или воду для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501;
- дифениламин-4-сульфокислоты натриевая соль (дефиниламисульфонат натрия), индикатор по техническим условиям [3], водный раствор с массовой концентрацией 0,2 г/дм^3;
- железо (III) оксид по техническим условиям [4];
- калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, перекристаллизованный и высушенный при температуре от 150 °С до 160 °С, раствор молярной концентрации эквивалента 0,025 и 0,05 моль/дм^3;
- калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор массовой концентрации 50 г/дм^3;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552, разбавленную 1:4;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1, 1:9;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:1, 1:100 и раствор молярной концентрации 1 моль/дм^3;
- кислоту сульфосалициловую 2-водную по ГОСТ 4478, раствор массовой концентрации 100 г/дм^3;
- кислоту уксусную по ГОСТ 61;
- олово двухлористое, 2-водное по техническим условиям [5], раствор массовой концентрации 40 г/дм^3;
- ртуть (II) хлористую по техническим условиям [6], раствор массовой концентрации 20 г/дм^3;
- промывную жидкость;
- соль динатриевую этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652, растворы молярной концентрации 0,025 (0,05) моль/дм^3;
- натрия перекись по [7];
- фильтры обеззоленные по техническим условиям [8].

Примечания

1 Допускается применение других средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другим нормативным документам, при условии обеспечения ими метрологических характеристик результатов измерений, приведенных в настоящем стандарте.

5 Сущность метода измерений

Метод основан на титровании железа (II) раствором двухромовокислого калия либо железа (III) раствором комплексона III (трилона Б). Перед титрованием железо отделяют от мешающих компонентов выделением его в виде осадка гидроксида.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 При приготовлении раствора фтористого аммония массовой концентрации 400 г/дм^3 навеску фтористого аммония массой 40 г растворяют в небольшом количестве воды, помещают в стакан (колбу) вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор переливают в полиэтиленовую банку (колбу). Срок хранения раствора — 1 год.

6.2 При приготовлении раствора двухлористого олова массовой концентрации 40 г/дм^3 навеску соли массой 40 г помещают в стакан вместимостью 1000 см^3, добавляют от 40 до 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до полного растворения, затем раствор охлаждают, доливают соляной кислотой, разбавленной 1:1, до 1000 см^3 и перемешивают. Хранят в закрытой склянке из темного стекла, добавив несколько гранул металлического олова. Срок хранения раствора — 1 год.

6.3 При приготовлении раствора дифениламисульфоната натрия 0,2 г соли помещают в стакан вместимостью 2000 см^3 и растворяют в 1000 см^3 фосфорной кислоты, разбавленной 1:4. Раствор хранят в местах, защищенных от света в течение трех месяцев.

6.4 При приготовлении промывной жидкости навеску хлористого аммония массой 10 г помещают в колбу (стакан) вместимостью 1000 см^3, прибавляют 50 см^3 аммиака, доливают водой до 1000 см^3 и хорошо перемешивают.

Срок хранения раствора — 1 год.

6.5 При приготовлении раствора роданистого аммония массовой концентрации 20 г/дм^3 навеску соли массой 20 г растворяют в воде, доливают объем раствора до 1000 см^3 при перемешивании. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

6.6 Приготовление раствора дихромата калия (калия двухромовокислого)

6.6.1 При приготовлении раствора дихромата калия (калия двухромовокислого) применяют перекристаллизованную соль. Реактив квалификации «х.ч.» или «ч.д.а.» перекристаллизовывают следующим образом: 100 г двухромовокислого калия растворяют в 100 см^3 воды, нагревая до кипения. Энергично перемешивая, раствор выливают тонкой струей в фарфоровую чашку для получения мелких кристаллов. Охлаждают холодной водой, чашку с раствором и выпавшие кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на воронке с пористой пластинкой, сушат в течение 2—3 ч при температуре от 100 °С до 105 °С, растирают в порошок и окончательно высушивают при температуре от 180 °С до 200 °С в течение 3—4 ч. Реактив квалификации «ч.д.а.» перекристаллизовывают 2 раза.

При приготовлении растворов двухромовокислого калия молярной концентрации эквивалента 0,025 (0,05) моль/дм^3 навеску перекристаллизованной соли массой 1,2258 (2,4516) г растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация раствора двухромовокислого калия молярной концентрации эквивалента 0,025 (0,05) моль/дм^3, выраженная в граммах железа, равна 0,001396 (0,002792)г.

Растворы хранят в течение года.

6.6.2 Допускается готовить раствор дихромата калия из неперекристаллизованной соли квалификации «х.ч.» или «ч.д.а.». Для этого навеску соли массой 1,23 (2,45) г растворяют в 1000 см^3 воды.

Массовую концентрацию этих растворов дихромата калия устанавливают по оксиду железа или стандартным образцам, с аттестованным значением массовой доли железа и проведенным через ход анализа по разделу 7.

6.6.3 Установка массовой концентрации раствора двухромовокислого калия

Навеску оксида железа массой от 0,05 до 0,08 г, взятую с точностью до четвертого десятичного знака после запятой, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3. Затем прибавляют от 15 до 20 см^3 соляной кислоты, накрывают часовым стеклом (фарфоровой крышкой или чашкой) и нагревают до полного растворения навески. Остаток охлаждают, приливают от 80 до 100 см^3 горячей воды и перемешивают.

Раствор нагревают до температуры от 70 °С до 80 °С, приливают аммиак до выпадения гидроксида железа и избыток от 10 до 15 см^3. Затем приливают 1 см^3 пероксида водорода. Раствор с осадком выдерживают при температуре от 60 °С до 70 °С в течение 10—15 мин до коагуляции осадка, затем фильтруют на фильтр средней плотности. Колбу, в которой проводили осаждение, и осадок на фильтре промывают 5—7 раз горячим раствором промывной жидкости.

Осадок с фильтра смывают струей горячей воды в колбу вместимостью 500 см^3. Остаток на фильтре растворяют в 30 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, собирая фильтрат в ту же колбу. Фильтр и колбу, в которой проводили осаждение, промывают 3—5 раз соляной кислотой, разбавленной 1:100, и 2—3 раза горячей водой. Разбавляют раствор водой до объема от 150 до 200 см^3, перемешивают, нагревают до температуры от 80 °С до 90 °С. Продолжают анализ как указано в 7.2 начиная со слов: «В горячий раствор приливают 1 см^3 фтористого аммония, ...»

Массовую концентрацию раствора рассчитывают по формуле 1.

Допускается устанавливать массовую концентрацию раствора двухромовокислого калия по стандартным образцам, с аттестованным значением массовой доли железа и проведенным через ход анализа по разделу 7. Массовую концентрацию раствора рассчитывают по формуле 2.

6.6.4 Массовую концентрацию раствора двухромовокислого калия, C, выраженную в граммах железа на 1 см^3 раствора, г/см^3, вычисляют по формулам

$$C = \frac{m\,0{,}6994}{V}, \quad (1)$$

$$C = \frac{Am_1}{V100}, \quad (2)$$

где m — масса навески оксида железа, г;

0,6994 — коэффициент пересчета оксида железа на железо;

V — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование с учетом объема раствора двухромовокислого калия, пошедшего на титрование холостого опыта, см^3;

A — аттестованное значение массовой доли железа в стандартном образце, %;

m_1 — масса навески стандартного образца, г;

100 — коэффициент пересчета массовой доли железа на г.

6.7 При приготовлении растворов соли динатриевой этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водной (трилона Б, комплексона III) молярной концентрации 0,025 (0,05) моль/дм^3 навеску соли массой 9,3 (18,61) г помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют в 200 см^3 воды при нагревании до температуры от 50 °С до 60 °С. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. При необходимости раствор фильтруют.

Срок хранения раствора — один год.

6.8 Установка массовой концентрации раствора трилона Б

Навеску оксида железа массой от 0,05 до 0,08 г, взятую с точностью до четвертого десятичного знака после запятой, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3. Затем прибавляют от 15 до 20 см^3 соляной кислоты, накрывают часовым стеклом (фарфоровой крышкой или чашкой) и нагревают до полного растворения навески. Остаток охлаждают, приливают от 80 до 100 см^3 горячей воды и перемешивают. Раствор нагревают до температуры от 70 °С до 80 °С, приливают аммиак до выпадения гидроксида железа и избыток от 10 до 15 см^3. Затем приливают 1 см^3 пероксида водорода. Раствор с осадком выдерживают при температуре от 60 °С до 70 °С в течение от 10 до 15 мин до коагуляции осадка. Осадок затем фильтруют на фильтр средней плотности. Колбу, в которой проводили осаждение, и осадок на фильтре промывают 5—7 раз горячим раствором промывной жидкости.

Осадок с фильтра смывают струей горячей воды в колбу, в которой проводилось осаждение. Остаток на фильтре растворяют в 10 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, собирая фильтрат в колбу, в которой проводилось осаждение. Фильтр промывают от трех до пяти раз соляной кислотой, разбавленной 1:100. Разбавляют раствор водой до объема от 80 до 100 см^3 . Далее анализ проводят, как указано в 7.3.

Массовую концентрацию раствора рассчитывают по формуле 3.

Допускается устанавливать массовую концентрацию раствора трилона Б по стандартным образцам, с аттестованным значением массовой доли железа и проведенным через ход анализа по разделу 7.

Массовую концентрацию раствора рассчитывают по формуле 4

Примечание — Допускается для титрования использовать автоматические титраторы с фотометрической индикацией конечной точки титрования.

6.9 Массовую концентрацию раствора трилона Б, C, выраженную в граммах железа на 1 см^3 раствора, г/см^3, вычисляют по формулам:

$$C = \frac{m\,0{,}6994}{V}, \quad (3)$$

$$C = \frac{Am_1}{V100}, \quad (4)$$

где m — масса навески оксида железа, г;

0,6994 — коэффициент пересчета оксида железа на железо;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование с учетом объема раствора трилона Б, пошедшего на титрование холостого опыта, см^3;

A — аттестованное значение массовой доли железа в стандартном образце, %;

m_1 — масса навески стандартного образца, г;

100 — коэффициент пересчета массовой доли железа на г.

7 Выполнение измерений

7.1 Переведение навески пробы в раствор

7.1.1 Навеску пробы массой от 0,2 до 1 г (в зависимости от массовой доли железа), взятую с точностью до четвертого десятичного знака после запятой, помещают в колбу (стакан) вместимостью 250 $см^3$, смачивают от 0,5 до 1 $см^3$ воды, добавляют от 0,1 до 0,2 г фтористого аммония, приливают от 15 до 20 $см^3$ соляной кислоты, нагревают в течение от 15 до 20 мин, затем добавляют от 10 до 20 $см^3$ азотной кислоты, нагревают до растворения навески пробы и выпаривают до объема от 5 до 7 $см^3$. К раствору приливают 10 $см^3$ серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, и нагревают до появления паров серной кислоты и еще от 2 до 3 мин. Если раствор приобретает темную окраску и если в растворе остаются корольки серы черного цвета, то для их окисления, в момент выделения паров серной кислоты, прибавляют по каплям азотную кислоту или небольшими порциями прибавляют от 0,02 до 0,05 г азотнокислого аммония до удаления корольков серы. Раствор охлаждают, осторожно обмывают стенки колбы (стакана) водой и повторяют выпаривание до выделения паров серной кислоты. Остаток охлаждают, приливают от 60 до 70 $см^3$ воды, кипятят в течение 5—10 мин до растворения растворимых сульфатов. Раствор с осадком охлаждают в проточной воде и оставляют на 1—2 ч . Раствор можно оставить до следующего дня.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности (синяя лента) или через фильтробумажную массу, вложенную в конус воронки в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$. Фильтр с осадком промывают 5—6 раз раствором серной кислоты, разбавленной в соотношении 2:98, до отрицательной реакции промывных вод на ион железа с раствором роданистого аммония массовой концентрации 20 $г/дм^3$. Осадок можно использовать для определения свинца или отбросить.

7.1.2 Для проб, содержащих труднорастворимые соединения железа

Фильтр с осадком, полученным по 7.1.1, помещают в корундовый тигель, озоляют при температуре от 450 °С до 500 °С. В тигель с осадком помещают от 2 до 3 г пероксида натрия, перемешивают содержимое тигля, сверху насыпают от 1 до 2 г пероксида натрия и сплавляют в муфельной печи при температуре от 700 °С до 750 °С до получения однородного расплава. Тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$ и приливают от 50 до 70 $см^3$ воды. После окончания бурной реакции прибавляют при постоянном перемешивании раствор серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, до растворения осадка гидроксидов или до достижения pH раствора 1—2 и в избыток 10 $см^3$. Вынимают тигель, ополаскивают его горячей водой. Раствор нагревают до кипения и кипятят 5—10 мин. Раствор с осадком охлаждают в проточной воде и оставляют на 1—2 ч. Раствор можно оставить до следующего дня.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности (синяя лента), присоединяя фильтрат и промывные воды к фильтрату А в колбу вместимостью 500 $см^3$. Фильтр с осадком и стакан, в котором проводили осаждение, промывают 5—6 раз раствором серной кислоты, разбавленной в соотношении 2:98, до отрицательной реакции промывных вод на ион железа с раствором роданистого аммония массовой концентрации 20 $г/дм^3$.

7.1.3 Фильтрат, полученный по 7.1.1 или 7.1.2, упаривают до объема от 60 до 80 $см^3$, добавляют от 1 до 2 г хлористого аммония, нагревают раствор до температуры от 70 °С до 80 °С, приливают аммиак до выпадения гидроксида железа и в избыток по 10 $см^3$ раствора и 1 $см^3$ пероксида водорода. Раствор с осадком выдерживают при температуре от 60 °С до 70 °С в течение 10—15 мин до коагуляции осадка, затем фильтруют через неплотный фильтр в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$. Колбу, в которой проводили осаждение, и осадок на фильтре промывают 5—7 раз горячим раствором промывной жидкости.

Осадок с фильтра смывают струей горячей воды в колбу, в которой проводилось осаждение. Остаток на фильтре растворяют в 30 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1, собирая фильтрат в ту же колбу. Фильтр промывают 3—5 раз соляной кислотой, разбавленной в соотношении 1:100, и 2—3 раза горячей водой.

Осаждение гидроксидов железа (III) повторяют, как описано выше.

Объем раствора вместе с промывными водами при дихроматометрическом титровании железа должен быть от 40 до 50 $см^3$, а при титровании раствором трилона Б — от 70 до 80 $см^3$.

7.2 Дихроматическое титрование железа

К анализируемому раствору, полученному по 7.1, приливают от 80 до 100 $см^3$ горячей воды, перемешивают, нагревают до температуры от 80 °С до 90 °С. В горячий раствор приливают 1 $см^3$ фтористого аммония, раствор марганцевокислого калия до устойчивой желтой окраски, затем осторожно по каплям приливают при перемешивании раствор двухлористого олова до обесцвечивания раствора и 1—2 капли в избыток. После восстановления железа стенки колбы обмывают водой, приливают 20 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:9, и перемешивают. После охлаждения приливают от 3 до 5 $см^3$ раствора хлорной

ртути и снова перемешивают. При этом должен образоваться небольшой белый осадок хлористой ртути. Если осадок не образуется или его образуется слишком много и он окрашен в темный цвет металлической ртутью, то анализ следует повторить.

Через 5 мин после прибавления хлорной ртути приливают 10 см^3 раствора дифениламинсульфоната натрия и титруют раствором двухромовокислого калия до перехода зеленой окраски раствора в темно-фиолетовую. Конечную точку титрования определяют визуально или с помощью автоматического титратора с потенциометрической или фотометрической индикацией.

7.3 Комплексонометрическое (трилонометрическое) титрование железа

При титровании раствором трилона Б к анализируемому раствору, полученному по 7.1, приливают от 1,0 до 1,5 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и по каплям разбавленный аммиак до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в оранжевую, затем приливают 10 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3, нагревают раствор до температуры от 60 °С до 70 °С и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из красно-фиолетовой в желтую.

Конечную точку титрования определяют визуально или с помощью автоматического титратора с фотометрической индикацией.

8 Обработка результатов измерений

8.1 Массовую долю железа, X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{CV100}{m}, \quad (5)$$

где C — массовая концентрация раствора двухромовокислого калия или трилона Б по железу, г/см^3;

V — объем раствора двухромовокислого калия или трилона Б, израсходованный на титрование с учетом холостого опыта, см^3;

m — масса навески продукта, г.

8.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений при условии, что абсолютная разность между ними в условиях повторяемости не превышает значений (при доверительной вероятности P = 0,95) предела повторяемости r, приведенных в таблице 1.

Если расхождение между наибольшим и наименьшим результатами параллельных определений превышает значение предела повторяемости, то выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2.2.1).

8.3 Расхождения между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должны превышать значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 1. В этом случае за окончательный результат может быть принято их среднее арифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.3.3).

Библиография

[1]	ТУ 4389-001-4330709—2008	Плита нагревательная стеклокерамическая встраиваемая LOIP LH-304
[2]	ТУ 1595-008-00188162—96	Изделия высокоогнеупорные оксидные
[3]	ТУ 6-09-07-1637—87	Натрия N-фенилсульфанилат, индикатор, чистый для анализа
[4]	ТУ 6-09-3024—78	Железо (III) оксид для спецферритов повышенной чистоты, химически чистый
[5]	ТУ 6-09-5393—88	Олово (II) хлорид 2-водное (олово двухлористое), чистый для анализа, чистый
[6]	ТУ 2624-001-48438881—98 с изменением №1	Ртуть (II) хлористая
[7]	ТУ 6-09-4711—81	Реактивы натрия. Перекись
[8]	ТУ 2642-001-45235143—2011	Фильтры бумажные лабораторные

УДК 622.343—15:546.77.06:006.354 ОКС 73.060.99

Ключевые слова: пыли металлургических предприятий цветной металлургии, раствор, методы измерений массовой доли железа, диапазон измерений, показатель точности

БЗ 8—2017/107

Редактор *М.В. Терехина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 18.09.2017. Подписано в печать 05.10.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,28. Тираж 22 экз. Зак. 1890.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru