МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
33209—
2014**

РУДЫ МЕДЕСОДЕРЖАЩИЕ И ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Метод измерений массовой доли железа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 368 «Медь»

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 22 декабря 2014 г. № 73-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 мая 2015 г. № 511-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33209—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2016 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2015

В Российской Федерации 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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РУДЫ МЕДЕСОДЕРЖАЩИЕ И ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ И ПРОДУКТЫ ИХ ПЕРЕРАБОТКИ

Метод измерений массовой доли железа

Copper and complex ores and products of their processing. Method for measurement of iron mass fraction

Дата введения — 2016—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на руды медесодержащие и полиметаллические и продукты их переработки и устанавливает титриметрический метод измерений массовой доли железа в диапазоне от 1,00 % до 35,00 %.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640—94 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 3769—78 Реактивы. Аммоний сернокислый. Технические условия

ГОСТ 3773—79 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4201—79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4478—78 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия

ГОСТ 4518—75 Реактивы. Аммоний фтористый. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7172—76 Реактивы. Калий пиросернокислый

ГОСТ 10484—78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32221—2013 Концентраты медные. Методы анализа

ГОСТ 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 за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Характеристики показателей точности измерений

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

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

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

В процентах

Диапазон измерений массовой доли железа	Показатель точности ± Δ	Пределы	
		(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;
- автоматический титратор с фотометрической индикацией конечной точки титрования;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104;
- колбы мерные 2—100—2, 2—500—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770;
- колбы 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 по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;
- воронки для фильтрования лабораторные по ГОСТ 25336;
- стекла часовые;
- бюретки 1—1—2—25—0,1 по ГОСТ 25336;
- тигли платиновые по ГОСТ 6563.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

При выполнении измерений применяют следующие материалы и растворы:

- аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 1;
- аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765;
- аммоний сернокислый по ГОСТ 3769;
- аммоний фтористый по ГОСТ 4518 и раствор 400 г/дм^3 (хранят в полиэтиленовой посуде);
- аммоний хлористый по ГОСТ 3773;
- буферный раствор с pH от 5,6 до 5,8;
- водорода пероксид по ГОСТ 10929;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- дифениламин-4-сульфокислоты натриевая соль (дефиниламиносульфонат натрия), индикатор по техническим условиям [1], водный раствор с массовой концентрацией 0,2 г/дм^3;
- железо (III) оксид по техническим условиям [2];
- 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;
- калий пиросернокислый по ГОСТ 7172;
- кислоту азотную по ГОСТ 4461;
- кислоту кремнемолибденовую, раствор;
- кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552, разбавленную 1 : 4;
- кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1 : 1, 1 : 9;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1 : 1, 1 : 19, 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;
- кислоту фенилантраниловую по техническим условиям [3], раствор 1 г/дм^3;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- ксиленоловый оранжевый, индикатор по техническим условиям [4], раствор массовой концентрации 5 г/дм^3;
- натрий кремнекислый мета, 9-водный по техническим условиям [5];
- натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201;
- натрий углекислый по ГОСТ 83;
- натрия гидроксид (натрия гидроокись) по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 50 г/дм^3;
- олово двухлористое, 2-водное по техническим условиям [6], раствор массовой концентрации 40 г/дм^3;
- ртуть (II) хлористую по техническим условиям [7], раствор массовой концентрации 20 г/дм^3;
- промывную жидкость;
- цинк гранулированный по ГОСТ 3640, марки не менее Ц0;
- 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;
- 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 другой нормативной документации 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 двухлористого олова навеску соли массой 40 г помещают в стакан, добавляют от 40 до 50 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и нагревают до полного растворе-

ния, затем раствор охлаждают, доливают соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, до 1000 см^3 и перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

6.2 При приготовлении раствора кремнемолибденовой кислоты навеску кремнекислого натрия массой 0,170 г растворяют в 5 см^3 воды, приливают раствор гидроксида натрия до полного растворения соли и прозрачный раствор вливают в другой раствор, содержащий 0,44 г молибденовокислого аммония в 15 см^3 воды. Полученный раствор разбавляют водой до 25 см^3 и прибавляют 1,2 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 1. Раствор пригоден в течение 3—4 дней.

6.3 Приготовление раствора дихромата калия (калия двухромовокислого)

6.3.1 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 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 10—12 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 0,05 моль/дм^3, выраженная в граммах железа, равна 0,002792 г.

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

Растворы хранят в течение года.

Допускается готовить раствор дихромата калия из неперекристаллизованной соли квалификации «х. ч.» или «ч. д. а.» с последующим установлением массовой концентрации раствора по оксиду железа.

Для этого навеску соли массой 1,23 (2,45) г растворяют в 1000 см^3 воды.

6.3.2 Установка массовой концентрации раствора двухромовокислого калия

Навеску оксида железа массой от 0,05 до 0,08 г, взятую с точностью до четвертого знака, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3. Затем прибавляют от 15 до 20 см^3 соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают до полного растворения навески. Остаток охлаждают, приливают от 100 до 150 см^3 горячей воды и перемешивают. В полученный раствор прибавляют аммиак до начала выделения гидроксида и еще 10 см^3. Раствор с осадком оставляют на теплом месте до полной коагуляции осадка.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают два или три раза 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 1 : 1, собирая фильтрат в колбу, в которой проводилось осаждение.

Фильтр промывают от трех до пяти раз соляной кислотой, разбавленной 1 : 100. Далее анализ проводят, как указано в 7.2.

Допускается устанавливать массовую концентрацию двухромовокислого калия по СО, проведенным через ход анализа по разделу 7.

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

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

$$C = \frac{Am_1}{V \cdot 100}, \quad (2)$$

$$C = \frac{m_2 \cdot 0{,}8543}{V_1}, \quad (3)$$

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 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;

m_2 — масса навески цинка, г;

0,8543 — коэффициент пересчета цинка на железо;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование цинка, с учетом объема двухромовокислого калия, пошедшего на титрование холостого опыта, см^3.

6.4 При приготовлении раствора фенилантраниловой кислоты навеску безводного углекислого натрия массой 0,1 г растворяют в 30 см^3 теплой воды, добавляют 0,1 г фенилантраниловой кислоты и после ее растворения доливают водой до 100 см^3.

Раствор хранят в течение года.

6.5 При приготовлении раствора дифениламисульфоната натрия 0,2 г соли растворяют в 1 дм^3 в 1000 см^3 фосфорной кислоты, разбавленной 1 : 4.

Раствор хранят в течение трех месяцев.

6.6 При приготовлении промывной жидкости навеску хлористого аммония массой 1 г помещают в колбу, прибавляют 5 см^3 аммиака, доливают водой до 100 см^3 и хорошо перемешивают.

Раствор хранят в течение года.

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 при температуре 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.

Раствор хранят в течение года.

6.8 При приготовлении буферного раствора 125 см^3 уксусной кислоты смешивают со 135 см^3 аммиака, разбавляют водой до 1000 см^3 и перемешивают (pH раствора от 5,6 до 5,8, проверяют с помощью pH-метра).

Раствор хранят в течение трех месяцев.

6.9 Установка массовой концентрации раствора трилона Б по оксидам железа и цинку

Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают при титровании оксида железа с последующим пересчетом на железо. Допускается устанавливать массовую концентрацию трилона Б по СО, проведенным через ход анализа по разделу 7 или титрованием цинка с последующим пересчетом на железо.

6.9.1 Установка массовой концентрации раствора трилона Б по оксиду железа

Навеску оксида железа массой 0,1000 или 0,2000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3. Затем прибавляют от 15 до 20 см^3 соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают до растворения навески. Раствор выпаривают до объема от 5 до 7 см^3, снимают часовое стекло, охлаждают, приливают в колбу 10 см^3 азотной кислоты и нагревают до прекращения выделения оксидов азота. После этого раствор охлаждают, приливают 20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 1, выпаривают до выделения паров серной кислоты в течение от 7 до 10 мин, снова охлаждают, обмывают стенки стакана 5—7 см^3 воды и нагревают до выделения паров серной кислоты. Остаток охлаждают, растворяют в объеме от 100 до 150 см^3 горячей воды, приливают от 15 до 20 см^3 соляной кислоты и перемешивают. В полученный раствор прибавляют аммиак до начала выделения гидроксида и еще 10 см^3. Раствор с осадком оставляют на теплом месте до полной коагуляции осадка.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают два или три раза 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 1 : 1, собирая фильтрат в колбу, в которой проводилось осаждение.

Фильтр промывают от трех до пяти раз соляной кислотой, разбавленной 1 : 100. Объем раствора должен быть от 70 до 80 см^3. Далее анализ проводят, как указано в 7.3.

6.9.2 Установка массовой концентрации раствора трилона Б по цинку

Навеску цинка массой 0,0500 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, приливают 15 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, и оставляют на теплом месте в течение от 1 до 2 ч до полного растворения цинка. Раствор разбавляют водой до 200 см^3, прибавляют 8 г сернокислого аммония, от 1 до 2 г фтористого аммония, приливают 2—3 капли раствора ксиленолового оранжевого и нейтрализуют раствором аммиака, разбавленным 1 : 1, до появления бледно-розовой окраски. Приливают от 30 до

40 см^3 буферного раствора и титруют цинк раствором трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода окраски раствора из фиолетовой в желтую.

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

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

$$C = \frac{m \cdot 0{,}6994}{V}, \quad (4)$$

$$C = \frac{Am_1}{V \cdot 100}, \quad (5)$$

$$C = \frac{m_2 \cdot 0{,}8543}{V_1}, \quad (6)$$

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 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;

m_2 — масса навески цинка, г;

0,8543 — коэффициент пересчета цинка на железо;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование цинка, с учетом объема трилона Б, пошедшего на титрование холостого опыта, см^3.

7 Выполнение измерений

7.1 Переведение навески пробы в раствор

Навеску продукта массой от 0,2 до 1 г (в зависимости от массовой доли железа) помещают в стакан вместимостью 250 см^3, смачивают водой, приливают 15 см^3 соляной кислоты, нагревают в течение 15 мин и выпаривают до объема от 5 до 7 см^3. К охлажденному раствору приливают 10 см^3 азотной кислоты и снова нагревают до прекращения выделения оксидов азота. Затем раствор охлаждают, прибавляют 20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и выпаривают до появления паров серной кислоты. Раствор охлаждают, стенки стакана обмывают 5—7 см^3 воды и снова нагревают раствор до выделения паров серной кислоты. Остаток охлаждают, приливают 20 см^3 соляной кислоты, 50 см^3 горячей воды и нагревают до растворения солей.

Нерастворимый остаток отфильтровывают на плотный фильтр, промывают три или четыре раза горячей соляной кислотой, разбавленной 1 : 100, а затем горячей водой.

Фильтрат и промывные воды собирают в колбу вместимостью 500 см^3. Фильтрат сохраняют.

Фильтр с нерастворимым остатком помещают в платиновый тигель, осторожно озоляют, а затем прокаливают в муфельной печи в течение 10—15 мин при температуре от 800 °С до 850 °С. Тигель охлаждают, приливают 10 см^3 фтористоводородной кислоты, от 2 до 3 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и выпаривают досуха. К остатку в тигле прибавляют от 1 до 2 г пиросернокислого калия, сплавляют при температуре от 700 °С до 800 °С до образования подвижного плава и сплавляют еще 5—10 мин. Тигель с плавом охлаждают. Плав растворяют в объеме от 15 до 20 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 19, присоединяют раствор к фильтрату. Объединенный раствор разбавляют водой до 250 см^3. Затем приливают 2 см^3 пероксида водорода и кипятят до полного разрушения пероксида.

После этого раствор охлаждают до температуры от 60 °С до 70 °С и приливают аммиак до начала выпадения гидроксида и затем приливают еще 10 см^3. Раствор с осадком оставляют на теплом месте до полной коагуляции осадка.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают пять или семь раз горячим раствором промывной жидкости и затем два или три раза горячей водой. Осадок с фильтра смывают струей горячей воды в колбу, в которой проводилось осаждение. Остаток на фильтре растворяют в 30 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, собирая фильтрат в ту же колбу. Фильтр промывают от трех до пяти раз соляной кислотой, разбавленной 1 : 100, и два или три раза горячей водой.

В присутствии меди и (или) мышьяка свыше 0,5 % 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

7.2.1 Определение конечной точки титрования с фенилантраниловой кислотой

Анализируемый раствор, полученный по 7.1, нагревают до кипения и в горячий раствор осторожно, по каплям, приливают раствор двухлористого олова до обесцвечивания раствора и затем еще 1—2 капли. Затем к раствору прибавляют от 0,1 до 0,2 г углекислого кислого натрия, приливают две капли раствора кремнемолибденовой кислоты и в горячий раствор по каплям приливают раствор двухромовокислого калия до перехода окраски из синей в слабо-зеленую (это количество раствора двухромовокислого калия в расчет не принимают).

После этого раствор охлаждают в проточной воде, приливают 20 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 10 см^3 соляной кислоты, разбавляют водой до 150 см^3, приливают четыре капли раствора фенилантраниловой кислоты и титруют раствором двухромовокислого калия до появления неисчезающего фиолетового окрашивания раствора, добавляя перед концом титрования еще четыре капли раствора фенилантраниловой кислоты.

7.2.2 Определение конечной точки титрования с дифениламинсульфонатом натрия

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 если 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.

Примечания

1 Допускается потенциометрический способ определения конечной точки титрования на потенциометрической установке с парой электродов: платина-насыщенный каломельный, платина-хлорсеребряный, платина-вольфрамовый до скачка потенциала.

2 Допускается использование автоматических титраторов с фотометрической и (или) потенциометрической индикацией конечной точки титрования.

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.

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

8 Обработка результатов измерений

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

$$X = \frac{CV \cdot 100}{m}, \qquad (7)$$

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, см^3;

m — масса навески продукта, г.

8.2 За результат измерений принимают среднеарифметическое 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 ИСО 5725-6 (подпункт 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 среднеарифметическое значение. При невыполнении этого условия могут быть использованы процедуры, изложенные в ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

Библиография

[1] Технические условия ТУ 6-09-07-1637—87 — Натрия N-фенилсульфанилат, индикатор, чистый для анализа

[2] Технические условия ТУ 6-09-3024—78 — Железо (III) оксид для спецферритов повышенной чистоты, химически чистый

[3] Технические условия ТУ 6-09-3592—79 — Кислота фенилантраниловая, чистая для анализа

[4] Технические условия ТУ 6-09-1509—78 — Ксиленоловый оранжевый, индикатор, чистый для анализа

[5] Технические условия ТУ 6-09-01-798—91 — Натрий метасиликат 9-водный для микродобавок (Натрий кремнекислый мета марок А и Б)

[6] Технические условия ТУ 6-09-5393—88 — Олово (II) хлорид 2-водное (олово двухлористое), чистый для анализа, чистый

[7] Технические условия ТУ 2624-001-48438881—98 с изменением № 1 — Ртуть (II) хлористая

[8] Технические условия ТУ 6-09-1678—95 — Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)

УДК 622.343-15:546.77.06:006.354 МКС 73.060.99 А39

Ключевые слова: руды медесодержащие и полиметаллические и продукты их переработки, железо, раствор, титриметрический метод, точность измерений

Редактор *И.В. Кириленко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.07.2015. Подписано в печать 13.08.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,95. Тираж 36 экз. Зак. 2816.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru