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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32517.1— 2013 (ISO 2597-1:2005)

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА ОБЩЕГО

(ISO 2597-1:2005, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и 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. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») и Техническим комитетом по стандартизации ТК 378 «Руды железные, марганцевые и хромовые» на основе аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 5.

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14.11.2013 № 44-2013)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3188) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова – Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22.11.2013 № 2045-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32517.1-2013 (ISO 2597-1:2005) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ISO 2597-1:2005 Iron ores – Determination of total iron content – Part 1: Titrimetric method after tin (II) chloride reduction (Руды железные. Определение общего содержания железа. Часть 1. Титриметрический метод после восстановления с применением хлорида олова (II).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международных стандартов, на основе которых подготовлен настоящий межгосударственный стандарт и на которые даны ссылки, имеются в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии.

Степень соответствия – модифицированная (MOD).

Ссылки на международные стандарты заменены в разделе «Нормативные ссылки» и в тексте стандарта ссылками на соответствующие межгосударственные стандарты.

6 ВЗАМЕН ГОСТ 23581.18-81

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2014

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 ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

Методы определения железа общего

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets
Methods for the determination of total iron

Дата введения 2015-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на руды железные, концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает титриметрический метод определения общего железа с использованием бихромата калия после восстановления трехвалентного железа хлоридом олова (II). Метод применим при массовой доле железа общего от 10 % до 75 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты

ГОСТ 8.315-97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019-79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.049-80 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие эргономические требования

ГОСТ 12.3.002-75 Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.021-75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 83-79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 450-77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 860-75 Олово. Технические условия

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760-79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4217-77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4220-75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись Технические условия

ГОСТ 4463-76 Реактивы. Натрий фтористый. Технические условия

ГОСТ 4518-75 Реактивы. Аммоний фтористый. Технические условия

ГОСТ 4526-75 Реактивы. Магний оксид. Технические условия

ГОСТ 5712-78 Реактивы. Аммоний щавелевокислый 1-водный. 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 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9849-86 Порошок железный. Технические условия

ГОСТ 10484-78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия ГОСТ 10929-76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 15054-80 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы отбора и подготовки проб для химического анализа и определения содержания влаги

ГОСТ 20490-75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 22180-76 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 32520-2013 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Общие требования к методам химического анализа

ГОСТ 23932-90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 24104—2001[1)] Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 29169-81 (ИСО 648-77) Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Пипетки с одной меткой

ГОСТ 29251-91 (ИСО 385-1-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по стандарту [1][2)].

4 Общие требования

4.1 Требования безопасности к:

- оборудованию производственному (общие требования) – по ГОСТ 12.2.003;
- оборудованию производственному (эргономические требования) - по ГОСТ 12.2.049;
- производственным процессам – по ГОСТ 12.3.002;
- пожарной безопасности - по ГОСТ 12.1.004;
- вентиляционным системам – по ГОСТ 12.4.021.

4.2 Требования к квалификации исполнителей

К выполнению анализов и (или) обработке результатов допускаются лица прошедшие профессиональную. подготовку, владеющие техникой количественного химического анализа и основами его метрологического обеспечения.

5 Сущность метода

Метод основан на восстановлении трехвалентного железа раствором двухлористого олова до двухвалентного и его титровании раствором двухромовокислого калия в присутствии индикатора – дифениламиносульфоната натрия. Избыток восстановителя окисляют хлоридом ртути (II).

[1)] *На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53288—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования*

[2)] *На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52361-2005 Контроль объекта аналитический. Термины и определения*

6 Требования к средствам измерений, испытательному и вспомогательному оборудованию, материалам, реактивам и растворам

Для проведения анализа применяют:

- электроплиты, обеспечивающие температуру нагрева до 250 °С;
- дистилляторы для получения дистиллированной воды по ГОСТ 6709;
- печь электрическую муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 800°С;
- шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева не менее 150°С;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104 (высокого (II) класса точности) или другого Типа с погрешностью взвешивания не более ±0, 2 мг;
- эксикаторы по ГОСТ 23932;
- стаканы лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336 вместимостью 250, 400, 500 и 1000 $см^3$;
- колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 250 и 500 $см^3$;
- пипетки с одной меткой по ГОСТ 29169 вместимостью 1, 5 и 10 $см^3$;
- бюретка по ГОСТ 29251 вместимостью 25 и 50 $см^3$;
- колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 1000 $см^3$;
- фильтры обеззоленные по [2] средней плотности и плотные;
- тигли платиновые по ГОСТ 6563;
- щипцы тигельные с наконечниками из платины по ГОСТ 6563;
- тигли фарфоровые низкие № 2 или № 3 по ГОСТ 9147;
- тигли корундовые или стеклоуглеродные, устойчивые к щелочи, объемом от 25 до 30 $см^3$ [3], [4];
- кальций хлористый плавленый по ГОСТ 450-77, прокаленный при температуре от 700 °С до 800°С для заполнения эксикатора;
- порошок железный по ГОСТ 9849 или другой с чистотой не менее 99,5%;
- олово по ГОСТ 860 с чистотой не менее 99,9%;
- натрий углекислый безводный по ГОСТ 83;
- аммоний фтористый по ГОСТ 4518, раствор 400 $г/дм^3$;
- аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712;
- кислота щавелевая по ГОСТ 22180;
- магния окись по ГОСТ 4526, предварительно прокаленную при температуре от 750 °С до 800 °С и просеянную, после растирания в фарфоровой ступке через сито 0,5 мм;
- смесь для спекания: десять частей углекислого натрия, тщательно смешанную с четырьмя частями аммония щавелевокислого или щавелевой кислоты и одной частью азотнокислого калия, по ГОСТ 4217;
- смесь для сплавления: одну часть безводного углекислого натрия по ГОСТ 83, смешанную с двумя частями пероксида натрия;
- натрий фтористый по ГОСТ 4463;
- калий азотнокислый по ГОСТ 4217;
- натрия пероксид (Na_2O_2) по [5];
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 20 $г/дм^3$;
- калий пиросернокислый ($K_2S_2O_7$) по ГОСТ 7172;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:1, 1:2, 1:10, 1:50;
- кислоту серную по ГОСТ 4204 и разбавленную 1:1, 1:9;
- кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552;
- водорода пероксид по ГОСТ 10929;
- калий марганцовокислый ($KMnO_4$) по ГОСТ 20490, раствор 25 $г/дм^3$;
- хлорид ртути (II) ($HgCl_2$) (сулема), раствор 20 $г/дм^3$;
- смесь серной и ортофосфорной кислот:150 $см^3$ серной кислоты концентрированной осторожно вливают в 600 $см^3$ воды, охлаждают в проточной воде, добавляют 150 $см^3$ ортофосфорной кислоты и разбавляют водой до 1 $дм^3$;
- дифениламин-4-сульфокислоты натриевую соль (дифениламино-сульфонат натрия), индикатор, раствор 0,2 $г/дм^3$: 0,2 г индикатора растворяют в небольшом количестве воды, разбавляют раствор до 100 $см^3$ и хранят в склянке из темного стекла;
- олово двухлористое, двуводное, раствор 100 $г/дм^3$: 100г двухлористого олова ($SnCl_2 \cdot 2H_2O$) растворяют при нагревании и перемешивании в 200 $см^3$ соляной кислоты, охлаждают, разбавляют

водой до 1 дм^3 и перемешивают; хранят в закрытой склянке из темного стекла, добавив несколько гранул металлического олова;

- раствор железа, 0,1 моль/дм^3 : взвешивают с точностью 0,002 г 5,58 г чистого железа, помещают его в коническую колбу вместимостью 500 см^3, добавляют небольшими порциями 75 см^3 соляной кислоты и нагревают до растворения железа, охлаждают, окисляют, добавляя небольшие порции по 5 см^3 пероксида водорода, нагревают и кипятят до разложения его избытка и удаления хлора; охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до отмеченного объема и перемешивают. 1 см^3 раствора железа эквивалентен 1 см^3 титрованного раствора калия двухромовокислого

- калий двухромовокислый, титрованный раствор, с($K_2Cr_2O_7$) = 0,01667 моль/дм^3.

Растирают в агатовой ступке приблизительно 6 г калия двухромовокислого по ГОСТ 4220, высушивают в течение 2 ч при температуре от 140 °С до 150 °С в сушильном шкафу, охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе; растворяют 4,904 г растертого и высушенного калия двухромовокислого в воде и разбавляют раствор .до объема 1000 см^3. Регистрируют на бутылке для хранения температуру

приготовления раствора (t_1). 1 см^3 раствора соответствует 0,0055847 г железа;

Примечания:

1 Если двухромовокислый калий имеет квалификацию «чда», его необходимо перекристаллизовать следующим образом: 100 г реактива растворяют в 150 см^3 воды, нагревая до кипения; энергично размешивая, выливают раствор тонкой струей в фарфоровую чашку для получения мелких кристаллов, охлаждают ее холодной водой и отфильтровывают кристаллы на воронке с пористой пластинкой, сушат 2-3 ч при температуре от 100 °С до 150 °С, растирают в порошок и окончательно

высушивают при температуре от 180 °С до 200°С в течение 10-12 ч.

2 Допускается применение других средств измерения, оборудования и реактивов, обеспечивающих проведение анализа с установленной погрешностью.

7 Подготовка к проведению анализа

7.1 Отбор и подготовка проб – по ГОСТ 15054.

7.2 Установка титра двухромовокислого калия.

7.2.1 Установка титра по железному порошку.

Навеску железного порошка массой 0,1000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, смачивают водой, прибавляют 20 см^3 соляной кислоты,

(3- 5) см^3 раствора двухлористого олова и нагревают до растворения навески, не допуская кипения. Затем восстанавливают и титруют согласно 8.4.

Для внесения поправки на массу железа в реактивах через все стадии анализа проводят холостой опыт согласно 8.5.

Массовую концентрацию титрованного раствора двухромовокислого калия (*С*) в граммах железа на кубический сантиметр (по порошку железа) вычисляют по формуле

$$C = \frac{A \cdot m}{100 \cdot (V_1 - V_2)}, \quad (1)$$

где m – масса навески порошка железа, г

А - массовая доля железа в порошке, %;

V_1 – объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора железа, см^3;

V_2 – объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора холостого опыта, см^3.

7.2.2 Установка титра по стандартным образцам

Навески стандартных образцов, аттестованных в соответствии с ГОСТ 8.315 и близких по химическому составу к анализируемым пробам, подвергают анализу, как указано в пункте 8.

Массовую концентрацию титрованного раствора двухромовокислого калия (*С*) в граммах железа на кубический сантиметр (по стандартному образцу) вычисляют по формуле

$$C = \frac{A \cdot m}{100 \cdot (V_1 - V_2)}, \quad (2)$$

где A – массовая доля железа в стандартном образце, %;

m – масса навески стандартного образца; г

V_1 – объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование стандартного

образца, $см^3$;

V_2 – объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора холостого опыта $см^3$.

8 Проведение анализа

8.1 Разложение навески руды, концентрата, агломерата или окатыша проводят согласно 8.2 - 8.4 в зависимости от содержания меди, мышьяка и ванадия.

8.2 Кислотное разложение (для материалов, содержащих не более 0,1% меди, или мышьяка и не более 0,2% ванадия).

Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 0,4 г взвешивают с точностью до 0,0002 г, используя немагнитную лопатку, помещают в стакан вместимостью 300 $см^3$, смачивают водой, приливают 1 $см^3$ фтористого аммония или (0,3-0,5) г фтористого натрия, приливают 30 $см^3$ соляной кислоты, 5 $см^3$ солянокислого раствора двухлористого олова (II), накрывают часовым стеклом и растворяют при слабом нагревании в течение 1 ч. Продолжают нагревание, не допуская кипения, которое может привести к потерям в результате испарения хлорида железа (III), при более высокой температуре около 10 мин до разложения пробы. Добавляют по каплям раствор перманганата калия для окисления избытка хлорида олова (II) и восстановления желтого цвета хлорида железа (III).

Примечания:

1 При анализе пробы с содержанием железа выше 68% массу навески уменьшают приблизительно до 0,38 г.

2 Если при слабом нагревании в процессе растворения появляется желтая окраска хлорида железа, снова добавляют хлорид олова и продолжают процедуру до полного разложения пробы.

3 При разложении проб, железо которых полностью переходит в раствор при нагревании с соляной кислотой, добавление фторида аммония или фтористого натрия необязательно.

4 Навеску пробы, содержащей сульфиды и органические примеси, перед растворением предварительно прокаливают в фарфоровом тигле при температуре от 550 °С до 700 °С в течение 10-15 мин.

Стакан снимают с плиты, обмывают часовое стекло и разбавляют до 50 $см^3$ теплой водой. Отфильтровывают нерастворимый остаток через плотный бумажный фильтр (синяя лента), счищают оставшийся осадок со стенок стакана с помощью стеклянной палочки и кусочка фильтра и смывают на фильтр небольшим количеством соляной кислоты, разбавленной 1:50. Промывают его теплой соляной кислотой 1:50 до

исчезновения желтой окраски хлорида железа (III) и затем горячей водой еще

Семь - восемь раз. Фильтрат и промывные воды собирают в стакан вместимостью

500 $см^3$ и выпаривают до объема около 30 $см^3$, не допуская кипения (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, сушат, озоляют и прокаливают при температуре от 750 °С до 800 °С в течение 1 ч. Охлаждают тигель, смачивают осадок несколькими каплями серной кислоты (1:1), добавляют 5 $см^3$ фтористоводородной кислоты и медленно нагревают для удаления оксида кремния и

серной кислоты (до прекращения выделения белых паров). После охлаждения вносят в тигель около 2 - 3 г калия пиросернокислого и сплавляют до получения однородного плава при температуре от 700 °С до 750 °С. Охлаждают, помещают тигель в стакан вместимостью 250 $см^3$, прибавляют около 50 $см^3$ теплой воды, 5 $см^3$ соляной кислоты и нагревают до растворения. Вынимают тигель, обмывают небольшим количеством теплой воды, собирая промывные воды в раствор, приливают при перемешивании к нему 1-2 капли пероксида водорода и нагревают до кипения. Осаждают гидроокись железа, прибавляя раствор аммиака до появления сильного запаха. Нагревают раствор до кипения и оставляют на 20 мин для коагуляции осадка, помещают его на быстрофильтрующий бумажный фильтр, промывают семь- восемь раз горячей водой, к которой добавлен раствор аммиака до появления явного запаха; фильтрат и промывные воды отбрасывают.

Помещают стакан, содержащий основной раствор, под воронку, растворяют осадок на фильтре, проливая через него 10 $см^3$ соляной кислоты (1:2). Оставшийся на стенках осадок также растворяют в кислоте и присоединяют к основному фильтрату. Фильтр промывают несколько раз теплой соляной кислотой, разбавленной (1:50), а затем теплой водой до нейтральной реакции промывных вод. Упаривают основной раствор, не допуская кипения, до объема приблизительно 30 $см^3$. Далее восстанавливают и титруют железо по 9.

8.3 Разложение спеканием. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 0,4 г взвешивают с точностью до 0,000 2 г, помещают в фарфоровый тигель с неповрежденной глазурью и перемешивают с 1,5 г смеси для спекания до получения однородной по цвету массы.

Полученную смесь заворачивают в конденсаторную или папиросную бумагу, одновременно уплотняя ее, и очищают тигель от остатков (0,1-0,2) г смеси для спекания. Ампулообразный кулечек помещают в другой фарфоровый тигель на уплотненную подкладку из (0,3-0,5) г оксида магния и спекают в муфельной печи при температуре от 750 °С до 800 °С в течение 15-20 мин. Спекание легкоплавких рудных материалов и пиритных руд следует проводить при температуре от 650 °С до 680 °С.

Спекшуюся массу вместе с минимальным количеством оксида магния переносят в коническую колбу вместимостью 250-500 $см^3$, приливают 10 $см^3$ горячей воды и осторожно нагревают до кипения, периодически перемешивая. Затем приливают 1 $см^3$ раствора фтористого аммония или прибавляют (0,3-0,5) г фтористого натрия и, наклонив колбу, осторожно по стенкам 20 $см^3$ соляной кислоты. Накрывают колбу часовым стеклом, после прекращения бурной реакции прибавляют по каплям раствор двухлористого олова (II) до обесцвечивания раствора (3–7) $см^3$ и нагревают до исчезновения темноокрашенных частиц. Далее проводят восстановление и титрование по 9.

Примечание - Если при растворении навески добавлен избыток двухлористого олова (II) (желтая окраска хлорида железа (III) после окончания растворения отсутствует), приливают по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой желтой окраски и проводят восстановление по.9.

8.4 Щелочное сплавление для материалов, содержащих более 0,1 % меди и мышьяка и более 0, 2 % ванадия.

Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 0,4 г взвешивают с точностью до 0,0002 г, помещают в корундовый или стеклоуглеродный тигель, в который предварительно добавлено 1,5 г углекислого натрия. Прибавляют 2,5-3 г пероксида натрия и тщательно перемешивают до получения однородной по цвету массы. Сплавляют при температуре от 600 °С до 750 °С в корундовом или стеклоуглеродном тигле при температуре от 600 °С до 650 °С до получения однородного расплава. После охлаждения тигель помещают в стакан вместимостью 400 $см^3$, приливают 100 $см^3$ горячей воды и кипятят в течение нескольких минут для выщелачивания расплава. Затем удаляют, обмывают его водой и сохраняют. Охлаждают раствор и помещают осадок на бумажный фильтр средней плотности, промывают его дважды раствором гидроокиси натрия; фильтрат и промывные воды отбрасывают. Тигель обмывают соляной кислотой, разбавленной 1:10, собирая жидкость в стакан вместимостью 400 $см^3$. Осадок на фильтре растворяют в горячей кислоте, разбавленной 1:1, собирая жидкость в тот же стакан. Фильтр промывают соляной кислотой, разбавленной 1:10, а затем несколько раз водой до нейтральной реакции и отбрасывают. К раствору в стакане приливают 5 $см^3$ пероксида водорода, доводят почти до кипения и осаждают гидроокись железа, прибавляя раствор аммиака до появления сильного запаха. Нагревают раствор до кипения и оставляют на 20 мин для коагуляции осадка. Затем фильтруют его на быстрофильтрующий бумажный фильтр и промывают семь - восемь раз горячей водой. Фильтрат и промывныев воды отбрасывают. После этого осадок с фильтра смывают водой в стакан, где осаждалась гидроокись железа (III), фильтр промывают (20-30) $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, затем горячей водой и отбрасывают.

Осаждение гидроокиси железа (III) при массовой доле меди свыше 0,5 % повторяют, как описано выше.

Фильтрат и промывные воды выпаривают до объема 30 $см^3$ и далее проводят восстановление и титрование по 9.

9 Восстановление и титрование

9.1 Основной раствор, полученный согласно 8.2, 8.3 или 8.4, нагревают до начала кипения, прибавляют 5 $см^3$ раствора перманганата калия и выдерживают при этой температуре 5 мин для окисления мышьяка и органических веществ. Часовое стекло и стенки стакана обмывают соляной кислотой. К горячему раствору осторожно по каплям приливают при интенсивном перемешивании раствор хлорида олова (II) до соломенно-желтой окраски и 1-2 капли до его обесцвечивания и охлаждают в водяной бане. Обмывают стенки стакана водой, прибавляют 5 $см^3$ раствора хлорной ртути и дают отстояться в течение 5 мин до образования небольшого осадка. Если он не образуется или его слишком много и он окрашен металлической ртутью в темный цвет, анализ следует повторить.

Примечания

1 Рекомендуется использовать разбавленный раствор бихромата калия в качестве раствора сравнения при достижении необходимого слабо - желтого оттенка раствора железа, который готовят разбавлением 5 мл стандартного раствора бихромата калия до 100 $см^3$ водой.

2 При содержании ванадия более 0,2 % раствор, полученный по .8.3, доливают до 100 см^3 горячей водой, затем проводят восстановление железа, как указано выше.

Разбавляют холодной водой до объема приблизительно 300 см^3, прибавляют 30 см^3 смеси серной и фосфорной кислот, 10 см^3 раствора дифениламинсульфаната натрия и сразу титруют раствором двухромовокислого калия до перехода зеленой окраски в темно-фиолетовую.

Фиксируют окружающую температуру (t_2) раствора двухромовокислого калия, если она отличается более чем на 1°С от температуры, при которой он приготовлен (t_1), и вводят волюметрическую поправку.

Примечание - Внесение волюметрической поправки необходимо при проведении арбитражных анализов.

9.2 Холостой опыт

Для внесения поправки на массу железа в реактивах через все стадии анализа проводят холостой опыт, используя такие же количества всех реактивов. Перед восстановлением раствором хлорида олова (II) вносят 1,00 см^3 стандартного раствора железа с помощью пипетки с одной меткой и титруют раствор в соответствии с .9. Регистрируют объем (см^3), пошедший на титрование (V_o) и рассчитывают его значение для холостого опыта в см^3 используя формулу $V_2 = V_o - 1{,}00$.

10 Обработка результатов

10.1 Массовую долю железа общего (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2)\cdot[1-(t_2 - t_1)\cdot 0{,}0002]}{m}\cdot C\cdot 100\cdot K\ , \qquad (3)$$

где V_1 – объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_2 – объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора холостого опыта, см^3;

t_1 – температура, при которой приготовлен раствор двухромовокислого калия, °С;

t_2 – температура, при которой использован раствор двухромовокислого калия °С;

C - массовая концентрация титрованного раствора двухромовокислого калия, выраженная в граммах по железу, г/см^3;

m – масса навески руды, концентрата, агломерата или окатыша, г;

K – коэффициент пересчета массовой доли железа (общего) на его массовую долю в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_r}, \qquad (4)$$

где W_r – массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1

10.2 За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов параллельных определений, полученных в условиях повторяемости (получают одним методом на идентичных объектах испытаний, в одной лаборатории, одним оператором, с использованием аналогичного оборудования, в пределах короткого промежутка времени), если они удовлетворяют метрологическим характеристикам, приведенным в таблице 1.

Результат признают удовлетворительным, если выполняется условие

$$|X_1 - X_2| \le r \qquad (5)$$

где X_1 и X_2 - результаты параллельных определений;

r – значение предела повторяемости (см. таблицу 1)

Т а б л и ц а 1 - Значения показателя точности методики и нормативов контроля точности результатов измерений

В процентах

Массовая доля железа общего	Предел повторяемости, r при P = 0,95	Предел воспроизводимости, R при P = 0,95	Норматив контроля внутрилабораторной прецизионности, $R_л$ при P=0,95	Показатель точности, доверительные границы погрешности ±Δ при P = 0,95	Норматив контроля процедуры выполнения измерений, $K_т$ при P = 0,90
От 10 до 20 вкл.	0,19	0,28	0,23	0,20	0,14
Св. 20 » 50 »	0,3	0,4	0,4	0,3	0,2
» 50 » 75 »	0,4	0,6	0,5	0,4	0,3

10.3 Результат анализа оформляют протоколом или записью в журнале и представляют в виде $\overline{X}$ ± Δ (P = 0,95)

где Δ - доверительные границы погрешности для P = 0,95, %

Примечания:

1 Величина Δ соответствует расширенной неопределенности U с коэффициентом охвата k = 2.

2 Допускается сопровождать результат или группу результатов, полученных по данным стандарта, вместо указания их погрешности и доверительной вероятности ссылкой на настоящий стандарт.

Числовое значение результата должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и показатель предела допускаемой погрешности, установленного настоящим стандартом.

11 Контроль качества результатов измерений

11.1 Оперативный контроль точности.

11.1.1 Контроль процедуры измерений проводят в соответствии с ГОСТ .0, рекомендациями [8] и с учетом требований стандарта [6]. Не реже одного раза в смену или одновременно с каждой партией проб проводят анализ (государственного стандартного образца, стандартного образца предприятия, аттестованной смеси).

Результаты контрольной процедуры признают удовлетворительными, если отклонение результата определения массовой доли железа в образце для контроля $\overline{X}$ от аттестованного (расчетного значения) A_{co} не превышает норматив $K_т$. (см. таблицу 1)

$$\left|\overline{X} - A_{co}\right| \le K_T , \qquad (6)$$

где $K_т$=1,64$\sigma_{Rл}$ (P=0,90)

При невыполнении условия (6) измерения повторяют, а при повторном невыполнении прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам.

11.2 Контроль внутрилабораторной прецизионности

Значения показателей внутрилабораторной прецизионности, оцененные в соответствии со стандартом [6] и рекомендациями [7], приведены в таблице 1.

11.2.1 Для контроля внутрилабораторной прецизионности определяют массовую долю железа в ранее проанализированных пробах, изменяя влияющие факторы (разное время, разные операторы и т. д.).

Расхождение между результатами $\overline{X_1}$ и $\overline{X_2}$ не должны превышать допускаемое значение норматива контроля внутрилабораторной прецизионности $R_л$

$$\left|\overline{X_1} - \overline{X_2}\right| \le Rл , \qquad (7)$$

где $\overline{X_1}$ и $\overline{X_2}$ - результаты измерений, полученные в различных условиях;

$R_л$ =2,77$\sigma_{Rл}$, (P=0,95).

Число расхождений результатов первичного и повторного анализа, превышающих допускаемые значения $R_л$ сравнивают с приемочным и браковочным числами в соответствии рекомендациями [8].

11.3 При соблюдении указанных условий погрешность результатов измерений не превысит значения Δ (см. таблицу 1).

Библиография

[1]	ИСО 5725-1-2002	Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения
[2]	Технические условия ТУ 2642-001-13927158-2003	Фильтры обеззоленные (белая, синяя лента)
[3]	ТУ 14-8-190-75	Тигли корундовые марки КСВП
[4]	Технические условия ТУ 1916-027-27208846-01	Тигли стеклоуглеродные марки СУ-2000
[5]	Технические условия ТУ 6-16 124-23	Натрия пероксид
[6]	ИСО 5725-6-2002	Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике
[7]	Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 61-2010	Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки
[8]	Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 76-2004	Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 622.341.1:546.712- 31.06:006.354 ОКС 73.060.10

Ключевые слова: руды железные, концентраты , агломераты и окатыши. железо, испытание

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 31 экз. 1333.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru