МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ БАРИТОВЫЙ

Метод определения пирита

Barite concentrate.
Method for determination of pyrite

Дата введения 1997—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на баритовые концентраты и баритовые утяжелители и устанавливает метод определения пирита от 0,5 до 7 %.

Метод основан на извлечении окисленных минералов железа соляной кислотой и определении пирита в нерастворимом остатке титрованием железа трилоном Б при pH 1—2 в присутствии индикатора сульфосалициловой кислоты.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативно-технические документы:

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 3117—78 Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640—79 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3769—78 Аммоний сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

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

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты. Технические условия

ТУ 6—09—1509—78 Ксиленоловый оранжевый, индикатор

ТУ 6—09—5294—86 Цинк гранулированный

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 30240.0.

4 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Электропечь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева до 700 °С.

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы с объемной долей 2 % и 1 моль/дм^3.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей 20 %.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор с массовой долей 20 %.

Буферный раствор с pH 5,7±0,1: к раствору уксуснокислого аммония прибавляют уксусную кислоту до pH 5,6—5,8; pH раствора проверяют с помощью pH-метра.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор, по ТУ 6—09—1500, раствор с массовой долей 0,5 %.

Цинк по ГОСТ 3640 не ниже марки Ц1 или цинк металлический гранулированный по ТУ 6—09—5294.

Стандартный раствор цинка: 1,0000 г цинка помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, прибавляют 10—15 см^3 воды и небольшими порциями, по 5—10 см^3, соляную кислоту до полного растворения металла и затем еще 40 см^3. Раствор нагревают до кипения, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора содержит 1 мг цинка.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652; раствор 0,025 моль/дм³; готовят из фиксанала или следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в воде, если раствор мутный, его фильтруют, разбавляют до 1 дм³ водой и перемешивают.

Для установки титра раствора по пириту 20,0 см³ стандартного раствора цинка помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, разбавляют водой до 200 см³ и нейтрализуют аммиаком 1:1 в присутствии 1—2 капель ксиленолового оранжевого до появления бледно-розовой окраски раствора. Затем добавляют 8 г сернокислого аммония, 30 см³ буферного раствора и титруют цинк до перехода окраски в желтую.

Титр раствора трилона Б T по пириту, г/см³, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot 1{,}8354}{V}, \qquad (1)$$

где m — масса навески цинка, соответствующая аликвотной части стандартного раствора, г.

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

5 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску баритового концентрата массой 2,0000 г (при массовой доле пирита до 1 %) и 1,0000 г (при массовой доле пирита свыше 1 %) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ соляной кислоты и кипятят 10 мин. Приливают 35 см³ воды, раствор доводят до кипения и фильтруют содержимое колбы через двойной фильтр типа «белая лента». Осадок промывают 7—9 раз горячим раствором соляной кислоты с объемной долей 2 %. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, сушат, озоляют и прокаливают в муфельной печи при 500—700 °С.

Осадок после прокаливания переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ соляной кислоты и кипятят 10 мин. К кипящему раствору прибавляют 2—3 см³ азотной кислоты, кипятят 2—3 мин, приливают 30—40 см³ воды и кипятят еще 10 мин. Нерастворимый остаток отфильтровывают через тампон из

фильтробумажной массы; колбу и остаток 7—9 раз промывают горячим раствором соляной кислоты с объемной долей 2 %. Фильтрат нагревают до 60—70 °С, приливают 8—10 капель раствора сульфосалициловой кислоты и нейтрализуют аммиаком 1:1 до перехода красно-фиолетовой окраски в оранжевую. Затем прибавляют 10 см^3 соляной кислоты 1 моль/дм^3 и титруют железо раствором трилона Б до перехода окраски из красно-фиолетовой в желтую.

6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 Массовую долю пирита X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3;

T — титр раствора трилона Б по пириту, г/см^3;

m — масса навески пробы, г.

6.2 Расхождения результатов параллельных определений d (разность большего и меньшего результатов параллельных определений) и результатов анализа D (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблице 1.

6.3 Контроль точности анализа осуществляют с помощью стандартных образцов по ГОСТ 30240.0.

6.4 Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$) не должна превышать предела Δ при выполнении условий 6.2 и положительных результатах контроля точности анализа по 6.3 (таблица 1).

Таблица 1

В процентах

Массовая доля пирита	Δ	*d*	*D*
0,50	0,08	0,08	0,11
1,00	0,10	0,11	0,14
2,00	0,13	0,14	0,19
3,00	0,17	0,18	0,24
4,00	0,20	0,21	0,28
5,00	0,21	0,22	0,30
6,00	0,23	0,24	0,32
7,00	0,24	0,26	0,34

Значения Δ, *d*, *D* для промежуточных массовых долей находят методом линейной интерполяции.

УДК 622.368.98—15:549.324.31.06:006.354 ОКС 73.060 А39
ОКСТУ 2141

Ключевые слова: концентрат баритовый, методы анализа, пирит

gost.e-ecolog.ru