МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ БАРИТОВЫЙ

Метод определения водорастворимых солей и водорастворимого кальция

Barite concentrate.
Method for determination of water soluble salts and water soluble calcium

Дата введения 1997—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на баритовые концентраты и баритовые утяжелители и устанавливает гравиметрический метод определения водорастворимых солей от 0,2 до 0,6 % и комплексонометрический — водорастворимого кальция от 0,04 до 0,06 %.

Метод определения водорастворимых солей основан на взвешивании сухого остатка после выпаривания раствора, полученного в результате обработки пробы концентрата водой при нагревании.

Метод определения водорастворимого кальция основан на титровании кальция трилоном Б в щелочной среде в присутствии индикатора хромового темно-синего.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

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

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3640—79 Цинк. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3773—72 Аммоний хлористый. Технические условия
ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов

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

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

ТУ 6—09—1678—86 Фильтры обеззоленные

ТУ 6—09—3870—75 Индикатор хромовый темно-синий

ТУ 6—09—5294—86 Цинк гранулированный

ТУ 6—09—3104—79 Конго.

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

4 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева 110 °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147 или платиновая по ГОСТ 6563.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» по ТУ 6—09—86.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 4 %.

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, 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.

Конго красный (индикаторная бумага) по ТУ 6—09—3104.

Буферный раствор с pH 9,5—10: 54 г хлористого аммония рас-

творяют в 200 см³ воды, к полученному раствору прибавляют 350 см³ аммиака, доводят объем раствора водой до 1 дм³ и перемешивают.

Хромовый темно-синий, индикатор по ТУ 6—09—3870: смесь индикатора с хлористым натрием в соотношении 1:1 тщательно растирают в ступке.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор 0,0125 моль/дм³, готовят разбавлением водой раствора 0,05 моль/дм³ или следующим образом: 4,6 г трилона Б растворяют в воде, если раствор мутный, его фильтруют, разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают.

Для установки титра раствора трилона Б (Т) по кальцию 5,0 см³ стандартного раствора цинка помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 100 см³ воды и нейтрализуют аммиаком по индикаторной бумаге конго красный (pH около 5). Затем добавляют 10—15 см³ буферного раствора, индикаторной смеси хромового темно-синего на кончике шпателя и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из розовой в синюю.

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

$$T = \frac{m \cdot 0{,}6130}{V}, \qquad (1)$$

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

0,6130 — коэффициент пересчета цинка на кальций;

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

5 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1 Навеску баритового концентрата массой 20,00 г помещают в стакан вместимостью 600 см³, приливают 300 см³ воды, тщательно перемешивают, нагревают до кипения и кипятят в течение 10 мин.

После охлаждения смесь переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. После отста-

ивания и осветления содержимое колбы фильтруют через тампон из фильтробумажной массы или четыре слоя плотного фильтра типа «синяя лента» под вакуумом в коническую колбу вместимостью 500 см³, первые порции фильтрата отбрасывают.

5.2 Для определения водорастворимых солей пипеткой отбирают 100,0 см³ фильтрата, полученного по 5.1, в предварительно взвешенную фарфоровую или платиновую чашку и выпаривают на водяной бане досуха. Осадок сушат в сушильном шкафу при 100—110 °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более ±0,0002 г.

5.3 Для определения водорастворимого кальция пипеткой отбирают 100,0 см³ фильтрата, полученного по 5.1, в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 20 см³ раствора гидроокиси натрия, индикатора хромового темно-синего на кончике шпателя и титруют кальций раствором трилона Б до перехода окраски раствора из розовой в сиренево-синюю.

6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 Массовую долю водорастворимых солей X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m}, \qquad (2)$$

где m_1 — масса сухого остатка, г;

V — вместимость мерной колбы для разбавления, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для анализа, см³;

m — масса навески пробы, г.

6.2 Массовую долю водорастворимого кальция X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m}, \qquad (3)$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

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

m— масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

6.3 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:

при определении водорастворимых солей — абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблице 1;

при определении водорастворимого кальция — 0,005 и 0,006 % соответственно.

6.4 Контроль точности анализа осуществляют с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 30240.0.

6.5 Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P=0,95$) не должна превышать предела Δ при выполнении условий 6.3 и положительных результатах контроля точности анализа по 6.4;

при определении водорастворимых солей — значений, приведенных в таблице 1;

при определении водорастворимого кальция — 0,004 %.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля водорастворимых солей	Δ	d	D
0,20	0,01	0,01	0,02
0,40	0,02	0,02	0,03
0,60	0,03	0,03	0,04

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

УДК 622.368.98—15:543.721:54—38:546.41.006.354 ОКС 73.060 А39
ОКСТУ 2141

Ключевые слова: концентрат баритовый, методы анализа, водорастворимые соли, водорастворимый кальций

gost.e-ecolog.ru