МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ БАРИТОВЫЙ

Метод определения железа, суммы кальция и магния

Barite concentrate.
Methods for determination of iron, calcium and magnesium sum

Дата введения 1997—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на баритовые концентраты и устанавливает комплексонометрический метод определения железа от 0,3 до 4,0 % (в пересчете на оксид железа) и суммы кальция и магния от 0,3 до 7,0 % (в пересчете на оксид кальция).

Метод основан на титровании трилоном Б железа при pH 1—2 в присутствии сульфосалициловой кислоты, кальция и магния — при pH 9,5—10 в присутствии эриохрома черного Т как индикатора.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

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

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 2053—77 Натрий сернистый 9-водный. Технические условия

ГОСТ 3117—78 Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3640—79 Цинк. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3769—78 Аммоний сернокислый. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия

Издание официальное

gost.e-ecolog.ru

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

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

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

ГОСТ 27067—86 Аммоний роданистый. Технические условия

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

ТУ 6—09—1760—72 Эриохром черный Т, индикатор

ТУ 6—09—3104—79 Конго

ТУ 6—09—5294—86 Цинк гранулированный.

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

4 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

pH-метр — милливольтметр или иономер любого типа с точностью измерения ±0,1 единиц pH.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы 1:1 и 1 моль/дм^3 (1 н.).

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей 25 %.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769.

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

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Натрий сернистый 9-водный по ГОСТ 2053, раствор с массовой долей 5 %.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Буферный раствор с pH 5,7±0,1: к раствору уксуснокислого аммония с массовой долей 20 % прибавляют уксусную кислоту до pH 5,6—5,8; pH раствора проверяют с помощью pH-метра.

Буферный раствор с pH 9,5—10: 54 г хлористого аммония растворяют в 200 см³ воды, к полученному раствору прибавляют 350 см³ аммиака, доводят объем раствора водой до 1 дм³ и перемешивают.

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

Ксиленоловый оранжевый, индикатор по ТУ 6—09—1509, раствор с массовой долей 0,5 %.

Эриохром черный Т (кислотный хром черный специальный), индикатор по ТУ 6—09—1760, раствор с массовой долей 1 % (годен в течение 5 сут) или смесь с хлористым натрием 1:100.

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 см³, прибавляют 10—15 см³ воды и небольшими порциями (5—10 см³) соляную кислоту до полного растворения металла, затем еще 40 см³. Раствор нагревают до кипения, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 1 мг цинка.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652; растворы 0,025 и 0,05 моль/дм³: готовят из фиксанала или следующим образом: 9,3 или 18,6 г соли соответственно растворяют в воде; если раствор мутный, его фильтруют, разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают.

Для установки титра 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б по оксиду железа 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 с pH 5,7 и титруют цинк до перехода окраски в желтую.

Титр раствора трилона Б T_1 по оксиду железа, г/см³, вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{m \cdot 1{,}2215}{V}, \qquad (1)$$

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

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

1,2215 — коэффициент пересчета цинка на оксид железа.

Для установки титра 0,05 моль/дм^3 раствора трилона Б по оксиду кальция 50,0 см^3 стандартного раствора цинка помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, приливают 150 см^3 воды и нейтрализуют аммиаком по индикаторной бумаге конго красный (pH около 5). Прибавляют 5—6 капель раствора индикатора эриохрома черного Т или соответствующей индикаторной смеси на кончике шпателя, 10—15 см^3 буферного раствора с pH 9,5—10 и титруют раствором трилона Б до перехода лиловой окраски в чисто-синюю.

Титр раствора трилона Б T_2 по оксиду кальция, г/см^3, вычисляют по формуле

$$T_2 = \frac{m \cdot 0{,}8578}{V}, \qquad (2)$$

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

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

0,8578 — коэффициент пересчета цинка на оксид кальция.

5 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску баритового концентрата массой 1,0000 г (при любых массовых долях железа в пересчете на оксид железа и при массовой доле суммы кальция и магния в пересчете на оксид кальция до 4 %) или 0,5000 г (при массовой доле суммы кальция и магния в пересчете на оксид кальция свыше 4 %) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 15—20 см^3 соляной кислоты, нагревают 5 мин, добавляют 2,5—5 см^3 азотной кислоты и кипятят 5—10 мин. Раствор выпаривают почти досуха, приливают 5 см^3 соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 5 см^3 соляной кислоты, нагревают 1—2 мин, добавляют 100 см^3 воды, кипятят 3—5 мин и охлаждают в проточной воде в

течение 1 ч. Раствор с осадком фильтруют через плотный фильтр типа «синяя лента» в коническую колбу вместимостью 250 см³.

Фильтр с осадком промывают водой, подкисленной соляной кислотой, до отрицательной реакции на трехвалентное железо (проба с роданистым аммонием).

К фильтрату (допускается использовать фильтрат после отделения нерастворимого остатка по ГОСТ ... при определении сульфата бария) осторожно, по каплям, прибавляют аммиак до осаждения гидроксида железа, избегая его избытка (нейтрализацию можно провести по индикаторной бумаге конго красный). Затем раствор нагревают до коагуляции осадка и горячим фильтруют через неплотный фильтр. Колбу и осадок на фильтре промывают 5—6 раз горячей водой.

Фильтрат оставляют для определения кальция и магния.

Воронку с осадком гидроксидов переносят в колбу, в которой проводилось осаждение, и растворяют осадок в 10 см³ горячей соляной кислоты 1:1. Фильтр промывают горячей водой, подкисленной соляной кислотой, до отрицательной реакции на трехвалентное железо (проба с роданистым аммонием).

Фильтрат разбавляют водой до 100 см³, нагревают до 60—70 °С, приливают 8—10 капель раствора сульфосалициловой кислоты и нейтрализуют аммиаком 1:1 до перехода фиолетовой окраски в оранжевую. Приливают 10 см³ раствора соляной кислоты 1 моль/дм³ и титруют железо раствором трилона Б 0,025 моль/дм³ до перехода окраски из фиолетовой в желтую.

Фильтрат после отделения гидроксида железа упаривают до удаления запаха аммиака, охлаждают, разбавляют водой до 200 см³, приливают 30 см³ аммиака 1:1, 6—8 капель раствора сернистого натрия, 5—6 капель раствора индикатора эриохрома черного Т или на кончике шпателя индикаторной смеси и титруют кальций и магний раствором трилона Б 0,05 моль/дм³ до перехода лиловой окраски в синюю или зеленую.

5 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1 Массовую долю железа в пересчете на оксид железа или суммы кальция и магния в пересчете на оксид кальция X, %, вычисляют по формуле

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

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование железа (кальция и магния);

T — титр раствора трилона Б по оксиду железа (оксиду кальция), г/см^3;

m — масса навески пробы, г.

5.2 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 абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблицах 1 и 2.

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

5.4 Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0{,}95$) не должна превышать предела Δ при выполнении условий 5.2 и положительных результатах контроля точности анализа по 5.3 (таблицы 1 и 2).

Таблица 1

В процентах

Массовая доля железа в пересчете на оксид железа	Δ	d	D
0,30	0,07	0,08	0,10
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

Таблица 2

В процентах

Массовая доля суммы кальция и магния в пересчете на оксид кальция	Δ	d	D
0,30	0,08	0,09	0,12
0,50	0,09	0,10	0,13
1.00	0,11	0,11	0,15
2,00	0,12	0,13	0,17
3,00	0,14	0,15	0,20
4,00	0,16	0,17	0,22
5,00	0,18	0,20	0,26
6,00	0,20	0,21	0,28
7,00	0,22	0,23	0,31

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

УДК 622.368.98—15:546.72:546.41:546.47.06:006.354 ОКС 73.060 А39
ОКСТУ 2141

Ключевые слова: концентрат баритовый, методы анализа, железо, сумма кальция и магния

gost.e-ecolog.ru