УДК 622.341.1:546.72.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ И АГЛОМЕРАТЫ

Метод определения содержания железа металлического

Iron ores, concentrates and agglomerates.
Method of determination of metallic iron content

ГОСТ 23581.11—79

Взамен ГОСТ 12760—67

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 апреля 1979 г. № 1500 срок действия установлен

с 01.01.81
до 01.01.86

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на железные руды, концентраты и агломераты и устанавливает фотометрический метод определения содержания металлического железа, внесенного в пробу в процессе ее подготовки, при массовой доле его от 0,1 до 2 %.

Метод основан на селективном растворении металлического железа в метиловоспиртовом растворе хлорной ртути и салицилово-кислого натрия. Салициловокислый натрий устраняет образование нерастворимой основной соли трехвалентного железа, а метиловый спирт предупреждает растворение окислов железа. В растворе металлическое железо определяют в виде сульфосалицилатного комплекса трехвалентного железа в присутствии ацетатного буферного раствора (pH 5—7).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по СТ СЭВ 1224—78.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:
фотоэлектроколориметр или спектрофотометр;
аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1;
кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1:4;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Переиздание. Сентябрь 1988 г.

gost.e-ecolog.ru

натрий салицилово-кислый по ГОСТ 17628—72;

ртуть хлорную (сулема);

метанол-яд по ГОСТ 6995—77;

растворитель: 2,5 г хлорной ртути и 3 г салицилово-кислого натрия растворяют в 100 см³ метилового спирта;

кислоту сульфосалициловую по ГОСТ 4478—78;

аммоний сульфосалициловый раствор 100 г/дм³: 100 г сульфосалициловой кислоты растворяют в 500—600 см³ воды, нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1:1, в присутствии индикатора метилового оранжевого, разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают;

метиловый оранжевый (пара-диметиламиназобензоилсульфокислый натрий) по ГОСТ 10816—64, индикатор, раствор 1 г/дм³;

натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78;

буферный раствор: 500 г уксуснокислого натрия растворяют в 600 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:4, нагретой до 60—70 °С, раствор охлаждают и доливают до 1 дм³ водой;

железо (карбонильное) 99,99 %;

водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 10 %-ный раствор;

стандартный раствор железа: 0,1 г карбонильного железа помещают в стакан вместимостью 200 см³, прибавляют 15 см³ соляной кислоты и нагревают до растворения навески, затем добавляют 2—3 капли 10 %-ного раствора перекиси водорода, раствор упаривают до 10 см³, охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, разбавляют до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг железа.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Масса навески руды, концентрата или агломерата в зависимости от содержания металлического железа приведена в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля металлического железа, %	Масса навески, г
От 0,1 до 0,2	1
Св 0,2 » 0,4	0,5
» 0,4 » 1	0,2
» 1 » 2	0,1

Навеску помещают в сухую коническую колбу вместимостью 50—100 см³, приливают 20 см³ растворителя и нагревают на водяной бане в течение 5—10 мин при перемешивании

Содержимое колбы охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Осадку дают отстояться, после чего раствор фильтруют через сухой плотный фильтр в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

3.2. Аликвотную часть раствора 20 см³ отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 5 капель соляной кислоты, разбавленной 1:4, 2—3 капли 10%-ного раствора перекиси водорода, раствор перемешивают, нагревают до кипения. Содержимое колбы охлаждают, приливают 10 см³ сульфосалицилово-кислого аммония, 10 см³ буферного раствора, перемешивают после добавления каждого реактива, доливают водой до метки и вновь перемешивают.

Через 10 мин замеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью пропускания 430—480 нм, или спектрофотометре при длине волны 460 нм, используя в качестве раствора сравнения воду.

Через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденному значению оптической плотности исследуемого раствора за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта находят содержание металлического железа по градуировочному графику.

3.3. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают по 20 см³ раствора контрольной пробы и прибавляют 1, 2, 3, 4, 5 см³ стандартного раствора железа, что соответствует 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 мг железа, затем прибавляют 5 капель соляной кислоты, разбавленной 1:4, 10 см³ раствора сульфосалицилового кислого аммония, 10 см³ буферного раствора, доливают до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют как указано в п. 3.2.

Раствор контрольного опыта для градуировочного графика получают аналогично без добавления стандартного раствора железа.

По найденным значениям оптической плотности растворов за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта и соответствующим им содержаниям железа строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю металлического железа (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot K \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m_1 — количество железа, найденное по градуировочному графику, мг;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г;

K — коэффициент пересчета содержания металлического железа на содержание его в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_г},$$

где $W_г$ — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1—79, %.

4.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля металлического железа, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,1 до 0,25	0,06
Св 0,25 » 0,5	0,1
» 0,5 » 1	0,15
» 1 » 2	0,2

Изменение № 1 ГОСТ 23581.11—79 Руды железные, концентраты и агломераты. Метод определения содержания железа металлического

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 04.07.85 № 2137 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0709.

Наименование стандарта изложить в новой редакции: **«Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Метод определения содержания железа металлического**

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets. Method of determination of metallic iron content».

Вводная часть. Заменить слова: «и агломераты» на «агломераты и окатыши».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: СТ СЭВ 1224—78 на ГОСТ 23581.0—80.

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова: «или агломерата» на «агломерата или окатыша».

Пункт 4.2. Исключить слово: «параллельных»

(ИУС № 10 1985 г.)

gost.e-ecolog.ru