УДК 622.346.2-15:546.72.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МОЛИБДЕНОВЫЕ

Методы определения железа

Molibdenum concentrates.
Method for the determination
of iron content

ГОСТ 2082.13—81

Взамен ГОСТ 2082.13—71

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1196 срок действия установлен

с 01.01. 1982 г.
до 01.07. 1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на молибденовые концентраты и устанавливает фотометрический и объемный методы определения железа (при содержании от 0,1 до 5 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2082.0—81.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании в аммиачной среде окрашенного в желтый цвет комплексного соединения ионов железа с сульфосалициловой кислотой.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр любого типа.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, растворы 160 г/дм^3 и 0,001 н.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, раствор 200 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Соль Мора по ГОСТ 4208—72.

Стандартные растворы железа:

gost.e-ecolog.ru

раствор А; готовят следующим образом: 0,702 г соли Мора растворяют в воде, содержащей 0,4 см³ 16%-ного раствора серной кислоты, доводят объем раствора водой до 100 см³ и перемешивают Раствор применяют свежеприготовленным.

1 см³ раствора А содержит 1 мг железа;

раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки 0,001 н. раствором серной кислоты и перемешивают

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг железа

2.2. Проведение анализа

2 2 1 Навеску концентрата массой 0,5 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, увлажняют несколькими каплями воды, приливают 20 см³ соляной кислоты, нагревают 10 мин (не доводя до кипения). Затем добавляют 10 см³ азотной кислоты и выпаривают досуха, избегая перегревания. Приливают 10 см³ соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. Выпаривание с соляной кислотой повторяют дважды.

Сухой остаток смачивают 5 см³ соляной кислоты, приливают 20 см³ горячей воды и кипятят 5 мин, накрыв колбу часовым стеклом до растворения растворимых солей. Нерастворимый остаток отфильтровывают на плотный фильтр, промывают 3—4 раза горячей водой, подкисленной соляной кислотой и 5—6 раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в мерную колбу вместимостью 200 см³. Раствор охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 20 см³ (при содержании железа 0,1 %) или 5 см³ (при содержании железа от 0,1 до 0,5 %) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ сульфосалициловой кислоты, осторожно приливают аммиак по каплям до окрашивания раствора в желтый цвет и в избыток 2 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора, применяя светофильтр с максимумом светопропускания 424 нм, в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенного через все стадии анализа. По величине оптической плотности испытуемого раствора находят содержание железа по градуировочному графику.

2 2 2. Для построения градуировочного графика в 10 мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеривают микробюреткой 1; 2; 3, 4, 5, 6; 7, 8, 9, 10 см³ стандартного раствора Б В одиннадцатую колбу стандартный раствор не вводят. В каждую колбу добавляют по 10 см³ сульфосалициловой кислоты и далее продолжают анализ, как указано в п. 2 2.1.

Раствором сравнения служит раствор одиннадцатой колбы, в которую стандартный раствор железа не вводили.

По полученным значениям оптической плотности растворов с известным содержанием железа строят градуировочный график.

2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

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

V — объем испытуемого раствора в мерной колбе, см³;

m — масса навески концентрата, г;

V_1 — объем аликвотной части испытуемого раствора, см³.

2.3.2. Расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля железа, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,1 до 0,3	0,03
Св. 0,3 » 0,5	0,06
» 0,5 » 1	0,09
» 1 » 3	0,12
» 3 » 5	0,25

3. ОБЪЕМНЫЙ БИХРОМАТНЫЙ МЕТОД

Метод основан на титровании ионов двухвалентного железа раствором бихромата калия в присутствии индикаторов дифениламина и смеси Кноппа.

Восстановление железа проводится металлическим свинцом после отделения его в виде гидроокиси.

3.1. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3119—77, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 2:98.

Свинец металлический гранулированный не ниже марки СО по ГОСТ 3778—77.

Дифениламин по ГОСТ 5825—70, 0,5 %-ный раствор; готовят следующим образом: 1 г дифениламина растворяют в 200 см³ фосфорной кислоты.

Смесь Кноппа; готовят следующим образом: 150 см³ фосфорной кислоты смешивают с 150 см³ серной кислоты и 700 см³ воды.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, 0,05 н. раствор; готовят следующим образом: 2,4576 г перекристаллизованной и высушенной при 150—160 °С соли растворяют в воде, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Титр 0,05 н. раствора двухромовокислого калия, определяемый по железу, равен 0,002792 г/см³.

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску концентрата массой 1 г помещают в колбу вместимостью 250 см³, приливают 20—25 см³ азотной кислоты и нагревают до прекращения выделения окислов азота. Затем приливают 10—15 см³ соляной кислоты и раствор выпаривают до 5—6 см³, охлаждают, приливают 10 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты и нагревают до выделения паров серной кислоты. Стенки колбы обмывают 4—5 см³ воды и снова нагревают до выделения паров серного ангидрида. Остаток охлаждают, приливают 40—50 см³ воды и кипятят 3—5 мин. Нерастворимый остаток отфильтровывают на фильтр средней плотности, уплотненной фильтробумажной массой. Фильтрат собирают в коническую колбу, нерастворимый остаток промывают 6—8 раз горячей водой, подкисленной серной кислотой. Фильтр с нерастворимым остатком выбрасывают.

Фильтрат нагревают до 70—80°С, приливают аммиак до полного осаждения гидроокиси железа и оставляют на теплой плите до полной коагуляции осадка. Осадок гидроокисей отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 3—4 раза горячим разбавленным аммиаком и смывают с неразвернутого фильтра небольшим количеством воды обратно в колбу, в которой проводилось осаждение. К осадку в колбе приливают 5 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоты, доливают водой до объема 40—50 см³, нагревают до 70—80 °С и приливают аммиак до полного осаждения гидроокиси железа. Содержимое колбы нагревают в течение 5—10 мин, осадок отфильтровывают на тот же фильтр и промывают, как указано выше. Затем осадок на фильтре растворяют 30 см³ горячей разбавленной 1:1 соляной кислоты в стакане, в котором велось разложение. Фильтр промывают 3—4 раза горячей водой, подкисленной соляной кислотой. Объем раствора должен быть 90—100 см³.

Раствор нагревают, бросают несколько гранул металлического свинца для восстановления железа и кипятят пробы до полного обесцвечивания раствора. Охлаждают, фильтруют нерастворимый остаток вместе со свинцом на фильтробумажную массу, тщательно промывают холодной водой 4—6 раз. К фильтрату добавляют 15 см³ смеси Кноппа, несколько капель дифениламина и титруют раствором двухромовокислого калия до устойчивой фиолетовой окраски.

3.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{0{,}002792 \cdot V \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора бихромата калия, израсходованный на титрование, см^3;

0,002792 — титр 0,05 н. раствора бихромата калия, определяемый по железу, г/см^3;

m — масса навески концентрата, г.

3.3.2. Расхождение между результатами параллельных определений — по п. 2.3.2.

Изменение № 1 ГОСТ 2082.13—81 Концентраты молибденовые. Методы определения железа

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17.12.86 № 3887 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1741.

Пункт 2.1. Четвертый абзац изложить в новой редакции: «Кислота серная по ГОСТ 4204—77, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,001 моль/дм^3 и раствор 160 г/дм^3; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 наливают 500 см^3 воды и затем добавляют 87 см^3 концентриро-

(Продолжение см. с. 62)

ванной серной кислоты d — 1,84 небольшими порциями при постоянном перемешивании. Раствор охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают»;

девятый абзац. Исключить слово: «16 %-ного»; после слов «серной кислоты» дополнить значением: 160 г/дм^3;

одиннадцатый абзац. Исключить значение: 0,001 н.; после слов «серной кислоты» дополнить словами: «с молярной концентрацией эквивален. 0,001 моль/дм^3».

Пункт 3.1. Заменить ссылку: ГОСТ 3119—77 на ГОСТ 3118—77; седьмой абзац Заменить слова: «0,5 %-ный раствор» на «раствор 5 г/дм^3»;

девятый, десятый абзацы. Заменить слова: «0,05 н. раствор» на «раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм^3».

(ИУС № 3 1987 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 2082.13—81 Концентраты молибденовые. Методы определения железа

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 04.10.91 № 1594

Дата введения 01.05.92

Вводная часть. Заменить слова: «при содержании» на «при массовой доле».

Пункт 2.2.1. Третий абзац. Заменить слова: «при содержании» на «при массовой доле» (2 раза).

Пункт 2.3.2 изложить в новой редакции: «2.3.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_{сх}$) и воспроизводимости (D), приведенных в таблице.

(Продолжение см. с. 28)

Массовая доля железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	параллельных определений ($d_{сх}$)	анализов (D)
От 0,10 до 0,30 включ.	0,03	0,04
Св. 0,30 » 0,50 »	0,06	0,07
» 0,50 » 1,00 »	0,09	0,12
» 1,00 » 3,00 »	0,11	0,18
» 3,00 » 5,00 »	0,14	0,30

Пункт 3.3.1. Заменить слова: «0,05 н. раствора бихромата калия» на «раствора бихромата калия с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм³».

Пункт 3.3.2 изложить в новой редакции: «3.3.2. Разность результатов двух параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать абсолютных допускаемых расхождений сходимости ($d_{сх}$) и воспроизводимости (D), приведенных в таблице».

(ИУС № 1 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru