УДК 622.343-15:546.72.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ МЕДНЫЕ

Метод определения железа

Copper concentrates.
Method for determination of iron

ГОСТ 15934.5—80*

Взамен
ГОСТ 15934.5—70

ОКСТУ 1733

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 апреля 1980 г. № 1981 срок введения установлен

с 01.07.81

Проверен в 1985г. Постановлением Госстандарта № 1073 от 15.04.85 срок действия продлен

до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на медные концентраты всех марок и устанавливает титриметрический метод определения массовой доли железа от 1 до 32 %.

Метод основан на предварительном выделении железа в виде гидроокиси и последующем определении железа титрованием раствором двухромовокислого калия либо раствором трилона Б. Перед титрованием двухромовокислым калием железо (III) восстанавливают до железа (II) двухлористым оловом.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по СТ СЭВ 314—76.

1.2. Требования безопасности при выполнении анализов — по ГОСТ 2082.0—81 и ГОСТ 26100—84.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

Издание официальное Перепечатка воспрещена

** Переиздание (апрель 1985 г.) с Изменением № 1 утвержденным в апреле 1985 г. Пост. № 1068 от 15.04.85 (ИУС 7—85)*

gost.e-ecolog.ru

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1, 1:19, 1:100 и 1 н. раствор.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478—78, раствор 100 г/дм^3.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78.

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, раствор 150 г/дм^3.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Натрий кремнекислый мета 9-водный по ГОСТ 4239—77.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 50 г/дм^3.

Натрий углекислый по ГОСТ 4201—79.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Олово двухлористое 2-водное по ГОСТ 36—78, раствор: 40 г соли помещают в стакан, добавляют 40—50 см^3 разбавленной 1:1 соляной кислоты и нагревают до полного растворения, затем раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки разбавленной 1:1 соляной кислотой и перемешивают.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Кислота кремнемолибденовая, раствор: 0,170 г кремнекислого натрия растворяют в 5 см^3 воды, приливают раствор гидроокиси натрия до полного растворения соли и прозрачный раствор вливают в другой раствор, содержащий 0,44 г молибденовокислого аммония в 15 см^3 воды. Полученный раствор разбавляют водой до 25 см^3 и прибавляют 1,2 см^3 разбавленной серной кислоты. Раствор пригоден 3—4 дня.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор, 0,5%-ный раствор;

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, 0,05 н. раствор: 2,4516 г соли, перекристаллизованной и высушенной при 150—160 °С, растворяют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Титр 0,05 н. раствора двухромовокислого калия, выраженный в граммах железа, равен 0,002792 г.

Кислота фенилантраниловая, раствор: 0,1 г безводного углекислого натрия растворяют в 30 см^3 теплой воды, добавляют 0,1 г фенилантраниловой кислоты и после ее растворения разбавляют водой до 100 см^3.

Промывная жидкость: 1 г хлористого аммония помещают в колбу, прибавляют 50 см³ аммиака, разбавляют до 100 см³ водой и хорошо перемешивают.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,05 М раствор: 18,61 г трилона Б растворяют в воде, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой, перемешивают и отфильтровывают.

Цинк гранулированный по ГОСТ 989—75.

Железа окись по ГОСТ 4173—77.

Буферный раствор: 125 см³ уксусной кислоты смешивают со 135 см³ аммиака, разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают (pH раствора 5,6—5,8, проверяют с помощью pH-метра).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску медного концентрата массой 0,2—1 г (в зависимости от массовой доли железа) помещают в стакан вместимостью 250 см³, смачивают водой, приливают 15 см³ соляной кислоты, нагревают в течение 15 мин и выпаривают до объема 5—7 см³. К охлажденному раствору приливают 10 см³ азотной кислоты и снова нагревают до прекращения выделения окислов азота. Затем раствор охлаждают, прибавляют 20 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты. Раствор охлаждают, стенки стакана обмывают 5—7 см³ воды и снова нагревают раствор до выделения паров серной кислоты. Остаток охлаждают, приливают 20 см³ соляной кислоты, 50 см³ горячей воды и нагревают до кипения.

Нерастворимый остаток отфильтровывают на плотный фильтр, промывают 3—4 раза горячей разбавленной 1:100 соляной кислотой, а затем горячей водой.

Фильтрат и промывные воды собирают в колбу вместимостью 400 см³. Фильтрат сохраняют.

Если нерастворимый остаток имеет темный цвет, фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, осторожно озоляют, а затем прокаливают в муфельной электропечи в течение 10—15 мин при 800—850°С. Тигель охлаждают, приливают 10 см³ плавиковой кислоты, 2—3 см³ разбавленной серной кислоты и выпаривают досуха. К остатку в тигле прибавляют 1—2 г пиросернокислого калия, сплавляют при 700—800°С. Плав растворяют в 15—20 см³ разбавленной 1:19 соляной кислоты, присоединяют раствор к фильтрату и разбавляют водой до 250 см³. Затем приливают 2 см³ перекиси водорода и кипятят до полного разрушения перекиси.

После этого раствор охлаждают до 60—70°С и приливают аммиак до выпадения гидроокиси и еще 10 см³. Раствор с осадком оставляют на теплой бане до полной коагуляции осадка.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 5—7 раз горячим раствором промывной жидкости и затем 1—2 раза горячей водой. Осадок с фильтра смывают струей горячей воды в колбу, в которой проводилось осаждение. Остаток на фильтре растворяют в 30 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоты, собирая фильтрат в ту же колбу. Фильтр промывают 3—5 раз разбавленной 1:100 соляной кислотой и 2—3 раза горячей водой.

Объем раствора вместе с промывными водами при бихроматном титровании железа должен быть 40—50 см³, а при титровании раствором трилона Б—70—80 см³.

3.2. При бихроматном титровании анализируемый раствор нагревают до кипения и в горячий раствор осторожно, по каплям, приливают раствор двухлористого олова до обесцвечивания раствора и затем еще 1—2 капли. Затем к раствору прибавляют 0,1—0,2 г двууглекислого натрия, приливают две капли раствора кремнемолибденовой кислоты и в горячий раствор по каплям приливают раствор двухромовокислого калия до перехода окраски из синей в слабо-зеленую (это количество раствора двухромовокислого калия в расчет не принимают).

После этого раствор охлаждают в проточной воде, приливают 20 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты, 10 см³ соляной кислоты, разбавляют водой до 150 см³, приливают четыре капли раствора фенилантраниловой кислоты и титруют раствором двухромовокислого калия до появления неисчезающего окрашивания раствора, добавляя перед концом титрования еще четыре капли раствора фенилантраниловой кислоты.

3.3. При титровании раствором трилона Б к анализируемому раствору приливают 1,0—1,5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и по каплям разбавленный аммиак до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в оранжевую, затем приливают 10 см³ 1 н. раствора соляной кислоты, нагревают раствор до 60—70°С и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из красно-фиолетовой в желтую.

3.4. *Установка титра раствора трилона Б по окиси железа и цинку*

3.4.1. Навески окиси железа массой 0,100—0,200 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³. Затем прибавляют 15—20 см³ соляной кислоты, накрывают часовым стеклом и нагревают до растворения навески. Раствор выпаривают до 5—7 см³, снимают часовое стекло, охлаждают, приливают в колбу 10 см³ азотной кислоты и нагревают до прекращения выделения окислов азота. После этого раствор охлаждают, приливают 20 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты, выпаривают до выделения паров серной кислоты в течение 7—10 мин, снова охлаждают, обмывают стенки стакана 5—7 см³ воды и нагревают до выделения паров серной кислоты. Остаток охлаждают, растворяют в 100—

150 см³ горячей воды, прибавляют аммиак до выделения гидроокиси и еще 10 см³, оставляют на водяной бане на 20—30 мин. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают три раза горячим раствором промывной жидкости. Осадок с фильтра смывают струей горячей воды в колбу, в которой проводилось осаждение. Остаток на фильтре растворяют в 30 мл разбавленной 1:1 соляной кислоты, собирая фильтрат в колбу, в которой проводилось осаждение.

Фильтр промывают 3—5 раз разбавленной 1:100 соляной кислотой. Объем раствора должен быть 70—80 см³. Далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.

3.4.2. Навеску цинка массой 0,050 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 15 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоты и оставляют на теплом месте на 1—2 ч до полного растворения цинка. Раствор разбавляют водой до объема 200 см³, прибавляют 8 г сернокислого аммония, 1—2 г фтористого аммония, приливают 2—3 капли раствора ксиленолового оранжевого и нейтрализуют разбавленным 1:1 раствором аммиака до появления бледно-розовой окраски. Приливают 30—40 см³ буферного раствора и титруют цинк 0,05 М раствором трилона Б до перехода окраски раствора из фиолетовой в желтую.

3.4.3. Титр раствора трилона Б(T), выраженный в граммах железа, вычисляют по формулам:

$$T = \frac{m \cdot 0{,}6994}{V};$$

$$T = \frac{m_1 \cdot 0{,}8543}{V_1},$$

где m — масса навески окиси железа, г;

m_1 — масса навески цинка, г;

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

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование цинка, см³;

0,6994 — коэффициент пересчета окиси железа на железо;

0,8543 — коэффициент пересчета цинка на железо.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где T — титр раствора двухромовокислого калия или трилона Б по железу;

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

m — масса навески концентрата, г

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

Массовая доля железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 1 до 2	0,1
Св. 2 » 4	0,2
» 4 » 8	0,25
» 8 » 16	0,3
» 16 » 32	0,5

4.3. Контроль правильности результатов анализа осуществляют по стандартному образцу ГСО 2248—82 не реже одного раза в полгода.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru