МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.344.6-15:546.19.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ ЦИНКОВЫЕ

Метод определения железа

ГОСТ 14048.2—78

Zinc concentrates.
Method for determination of iron

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на цинковые концентраты всех марок и устанавливает комплексонометрический метод определения массовой доли железа от 3,5 до 20 %.

Метод основан на титровании ионов железа раствором трилона Б при pH 1,5—2 в присутствии сульфосалициловой кислоты в качестве индикатора.

Стандарт полностью соответствует рекомендации СЭВ РС 363—65.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 27329.

1.2. Контроль правильности результатов анализа осуществляют с помощью стандартных образцов, методом добавок или сопоставлением результатов анализа, полученных по стандартизованной и аттестованной методикам, не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе.

Контроль правильности результатов анализа по стандартным образцам проводят одновременно с анализом проб путем воспроизведения массовой доли определяемого компонента в стандартном образце.

Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений принимают за воспроизведенную массовую долю определяемого компонента в стандартном образце.

Расхождения между результатами параллельных определений при анализе стандартного образца не должны превышать допускаемых.

Результаты анализа проб считаются правильными, если воспроизведенная массовая доля определяемого компонента в стандартном образце отличается от аттестованной характеристики не более чем на значение 0,71 D, где D — допускаемое расхождение между результатами анализов.

Контроль правильности результатов анализа методом добавок осуществляют нахождением массовой доли определяемого компонента в концентрате после добавления аликвотной части стандартного раствора определяемого компонента к пробе до проведения анализа.

Величину добавки (объем стандартного раствора) выбирают таким образом, чтобы она составляла 50—100 % массовой доли анализируемого компонента в пробе.

Среднее арифметическое значение результатов параллельных определений принимают за массовую долю данного компонента в пробе с добавкой.

Расхождения между результатами параллельных определений в пробе с добавкой не должны превышать допускаемых.

Найденную величину добавки рассчитывают как разность между массовой долей определяемого компонента в пробе с добавкой ($C_{п+д}$) и результатами анализа пробы ($C_{п}$).

Результаты анализа считаются правильными, если найденная величина добавки отличается от

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1978
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

введенной ее величины не более чем на 0,71 $\sqrt{D_1^2 + D_2^2}$, где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения двух результатов анализа для пробы и пробы с добавкой, соответственно.

Контроль правильности результатов анализа, полученных разными методами, осуществляют путем сравнения результатов анализа одних и тех же проб, полученных по стандартизованной методике и аттестованной по ГОСТ 8.010* и имеющей погрешность, не превышающую погрешность стандартизованной методики.

Результаты анализа считаются правильными, если разность (по модулю) между результатом основного и контрольного методов не превышает величины 0,71 $\sqrt{D_1^2 + D_2^2}$ где D_1 и D_2 — допускаемые расхождения между результатами анализов для основного и контрольного методов соответственно.

1.1, 1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 25363 с дополнениями:

- при проведении анализа используются реактивы, оказывающие вредное воздействие на организм человека: кислоты, аммиак; при работе с названными веществами необходимо руководствоваться требованиями безопасности, изложенными в нормативно-технической документации на их изготовление и применение;

- содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны (паров кислот, аммиака, сероводорода), выделяющихся в ходе анализа, не должно превышать предельно допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005; контроль следует осуществлять по методическим указаниям, утвержденным Минздравом СССР, или по ГОСТ 12.1.016.

Разд. 1а. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

весы лабораторные рычажные по ГОСТ 24104;

колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336;

цилиндры и колбы мерные стеклянные по ГОСТ 1770;

кислоту азотную по ГОСТ 4461;

кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:1 и раствор $c(HCl) = 1$ моль/дм^3, который готовят следующим образом: 80 см^3 соляной кислоты разбавляют водой до объема 1000 см^3;

кислоту уксусную по ГОСТ 61;

кислоту сульфосалициловую по ГОСТ 4478, 20 %-ный раствор;

аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1;

аммоний роданистый по ГОСТ 27067, 5 %-ный раствор;

аммоний фтористый по ГОСТ 4518;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773 и раствор 20 г/дм^3;

аммоний сернокислый по ГОСТ 3769;

аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор 150 г/дм^3;

буферный раствор; готовят следующим образом: к раствору уксуснокислого аммония приливают уксусную кислоту до получения pH 5,6—5,8 (на 1 дм^3 раствора требуется примерно 30 см^3 уксусной кислоты); pH раствора проверяют с помощью pH-метра;

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

цинк металлический гранулированный по НТД;

этилендиамин- N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты динатриевую соль, 2-водную (трилон Б), по ГОСТ 10652, 0,075 М раствор; готовят следующим образом: 27,9 г трилона Б растворяют в воде, фильтруют раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают. Титр раствора по железу устанавливают следующим образом: навеску цинка массой 0,1500 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, приливают 15 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и оставляют в теплом месте на 1—2 ч до полного растворения цинка. Раствор разбавляют водой до объема 200 см^3, прибавляют 8 г сернокислого аммония, приливают 2—3 капли раствора индикатора, ксиленолового оранжевого и нейтрализуют разбавленным 1:1 раствором

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563—96.

аммиака до появления бледно-розовой окраски. Прибавляют 30—40 см^3 буферного раствора и титруют цинк раствором 0,075 моль/дм^3 трилона Б до перехода окраски раствора из фиолетовой в желтую.

Титр раствора трилона Б (T), выраженный в граммах железа, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot 0{,}8543}{V},$$

где m — масса навески цинка, г;

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

0,8543 — коэффициент пересчета цинка на железо.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску цинкового концентрата массой 0,5000—1,0000 г (в зависимости от массовой доли железа) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 0,5—1 г фтористого аммония и растворяют при слабом нагревании в 15 см^3 соляной кислоты в течение 10—15 мин. Затем приливают 5 см^3 азотной кислоты и продолжают нагревание до полного разложения навески и уменьшения объема раствора до 3—5 см^3. К раствору приливают 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до обильного выделения паров серной кислоты.

Остаток охлаждают, приливают 70—80 см^3 воды и кипятят в течение 3—5 мин. Раствор охлаждают до 60—70 °С, прибавляют около 1 г хлористого аммония, затем аммиак до выпадения гидроксида железа и дают еще 10 см^3 избытка. Подогревают до температуры, близкой к кипению, осадок при этом коагулирует. Фильтруют через неплотный фильтр и промывают 7—8 раз раствором хлористого аммония, нагретого до 70—80 °С. Осадок гидроксида железа смывают горячей водой в колбу, в которой проводилось осаждение гидроксида, а фильтр промывают в эту же колбу горячей водой, подкисленной соляной кислотой, до отрицательной реакции промывных вод на трехвалентное железо (проба с роданистым аммонием).

Раствор разбавляют горячей водой до 100—150 см^3 и осторожно приливают соляную кислоту, разбавленную 1:1, только до растворения осадка гидроксида. К раствору прибавляют по каплям аммиак, разбавленный 1:1, до начала выпадения осадка гидроксида, затем 10 см^3 раствора соляной кислоты 1 моль/дм^3. Нагревают раствор до 70—80 °С, прибавляют 8—10 капель раствора сульфосалициловой кислоты и титруют железо до перехода окраски из красно-фиолетовой в желтую.

(Измененная редакция, Изм. № 1,2).

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 трилона Б по железу, г/см^3;

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

m — масса навески концентрата, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля железа, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 3,00 до 6,00 включ.	0,15	0,25
Св. 6,00 » 10,00 »	0,25	0,30
» 10,00 » 15,00 »	0,30	0,35
» 15,00 » 20,00 »	0,35	0,40

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

М.Г. Саюн, К.Ф. Гладышева, В.И. Лысенко, Л.И. Максай, Н.А. Романенко, В.А. Колесникова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27.09.78 № 2584

3. ВЗАМЕН ГОСТ 14048.2—68

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.010—90	1.2
ГОСТ 12.1.005—88	1а.1
ГОСТ 12.1.016—79	1а.1
ГОСТ 61—75	2.1
ГОСТ 1770—74	2.1
ГОСТ 3117—78	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 3760—79	2.1
ГОСТ 3769—78	2.1
ГОСТ 3773—72	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 4461—77	2.1
ГОСТ 4478—78	2.1
ГОСТ 4518—75	2.1
ГОСТ 10652—73	2.1
ГОСТ 25363—82	1а.1
ГОСТ 27067—86	2.1
ГОСТ 27329—87	1.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в мае 1984 г., январе 1991 г. (ИУС 8—84, 6—91)

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Н.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 22.03.99. Подписано в печать 14.04.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,50.
Тираж 124 экз. С 2575. Зак. 353.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru