МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.344-15:546.72.06:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТЫ СВИНЦОВЫЕ

Комплексонометрический метод определения железа

ГОСТ 14047.8—78

Lead concentrates. Determination of iron. Complexometric method

ОКСТУ 1725

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на свинцовые концентраты всех марок и устанавливает комплексонометрический метод определения массовой доли железа до 1 % и выше.

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Требования безопасности — по ГОСТ 14047.5.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

кислоту азотную по ГОСТ 4461;

кислоту серную по ГОСТ 4204, разбавленную 1:1 и 1:20;

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

кислоту уксусную по ГОСТ 61;

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

аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1;

аммоний роданистый, 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, 0,5 %-ный раствор;

цинк по ГОСТ 3640;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

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

соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, растворы 0,025 и 0,05 моль/дм^3 готовят следующим образом: 9,3 и 18,6 г трилона Б соответственно растворяют в воде. Если раствор мутный, его фильтруют, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают. Титр растворов по железу устанавливают следующим образом: навеску цинка массой 0,0300 или 0,0500 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, приливают 15 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и оставляют на теплом месте 1—2 ч до полного растворения цинка. Раствор разбавляют водой до объема 200 см^3, прибавляют около 8 г сернокислого аммония, 1—2 г фтористого аммония, приливают 2—3 капли раствора индикатора ксиленолового оранжевого и нейтрализуют разбавленным 1:1 раствором аммиака до появления бледно-розовой окраски. Прибавляют 30—40 см^3 буферного раствора и титруют цинк соответственно 0,025 или 0,05 М раствором 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 свинцового концентрата массой 0,5000—1,0000 г (в зависимости от содержания 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 белых паров серной кислоты.

Остаток охлаждают, приливают 70—80 см^3 воды и кипятят в течение 3—5 мин. Раствор с осадком охлаждают, затем фильтруют через тампон из фильтробумажной массы. Колбу и осадок на фильтре промывают серной кислотой, разбавленной 1:20, до отрицательной реакции промывных вод на трехвалентное железо (проба с роданистым аммонием).

К фильтрату (может быть использован фильтрат после отделения сульфата свинца) прибавляют 1 г хлористого аммония, нагревают до 60—70 °С, приливают аммиак до выпадения гидроокиси железа и 10 см^3 в избыток. Подогревают до коагуляции осадка, фильтруют через неплотный фильтр и промывают 7—8 раз раствором хлористого аммония, нагретым до 70—80 °С. Осадок гидроокиси железа смывают горячей водой в колбу, в которой проводилось осаждение гидроокиси, а фильтр промывают в эту же колбу горячей водой, подкисленной соляной кислотой, до отрицательной реакции промывных вод на трехвалентное железо с роданистым аммонием.

Раствор разбавляют горячей водой до 100—150 см^3 и осторожно приливают соляную кислоту, разбавленную 1:1, только до растворения осадка гидроокиси. К раствору прибавляют по каплям аммиак, разбавленный 1:1, до начала выпадения осадка гидроокиси, затем 10 см^3 1 н. раствора соляной кислоты. При малых содержаниях железа нейтрализацию раствора проводят по индикаторной бумаге конго (до фиолетовой окраски) или по сульфосалициловой кислоте до появления оранжевой окраски раствора через фиолетовую. Нагревают раствор до 70—80 °С, прибавляют 8—10 капель раствора сульфосалициловой кислоты и титруют железо раствором трилона Б до перехода окраски из красно-фиолетовой в желтую.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{TV \cdot 100}{m},$$

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.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений и допускаемое расхождение между результатами анализа при доверительной вероятности P=0,95 не должно превышать величины, указанной в таблице.

%

Массовая доля железа	Допускаемое расхождение между параллельными определениями	Допускаемое расхождение между результатами анализа
От 1 до 3	0,1	0,15
Св. 3 » 6	0,15	0,2
» 6 » 15	0,3	0,35

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**
   РАЗРАБОТЧИКИ
   М.Г. Саюн, К.Ф. Гладышева
2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.08.78 № 2310**
3. **ВЗАМЕН ГОСТ 14047.8—71**
4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.1	ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 3117—78	2.1	ГОСТ 4461—77	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1	ГОСТ 4478—78	2.1
ГОСТ 3640—94	2.1	ГОСТ 4518—75	2.1
ГОСТ 3760—79	2.1	ГОСТ 10652—73	2.1
ГОСТ 3769—78	2.1	ГОСТ 14047.5—78	1а.1
ГОСТ 3773—72	2.1	ГОСТ 27329—87	1.1

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (март 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июле 1984 г., июне 1989 г. (ИУС 11—84, 10—89)**

Редактор *Т.С. Шеко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 07.04.99. Подписано в печать 22.04.99. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,45.
Тираж 127 экз. С2665 Зак. 1021.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru