

Изменение № 1 ГОСТ 23581.18—81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Метод определения железа (общего)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.12.86 № 3720 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0709.

Вводная часть. Заменить значение: 70 % на 72,5 %; дополнить абзацем: «Стандарт соответствует СТ СЭВ 481—77 в части 3.2».

Пункт 2.1 изложить в новой редакции: «2.1. Для проведения анализа применяют:

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 800 °С;

потенциометрическую установку с электродами: платина-насыщенный каломельный, платина-хлорсеребряный или платина-вольфрамовый;

тигли фарфоровые низкие № 2 или № 3 по ГОСТ 9147—80;

тигли корундовые или стеклоуглеродные;

железо карбонильное (99,99 %);

олово по ГОСТ 860—75, не менее 99,9 %;

калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77;

кислоту щавелевую по ГОСТ 22180—76;

аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

магния окись по ГОСТ 4526—75, предварительно прокаленную и просеянную после растирания в фарфоровой ступке, через сито 0,5 мм;

натрия перекись;

смесь для спекания: десять частей безводного углекислого натрия тщательно смешивают с четырьмя частями аммония щавелевокислого или щавелевой кислоты и одной частью азотнокислого калия;

натрий фтористый по ГОСТ 4463—76;

аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, раствор 400 г/дм³ (хранят в полиэтиленовой посуде);

аммиак водный по ГОСТ 3760—79;

кислоту фтористоводородную по ГОСТ 10484—78;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1:1, 1:10;

(Продолжение см. с. 50)

- кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:9;
кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80, разбавленную 1:4;
кислоту хлорную, плотностью 1,51 или 1,67 г/см³, разбавленную 1:1;
кислоту борную по ГОСТ 9656—75, насыщенный раствор;
водорода перекись по ГОСТ 10929—76;
калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор 30 г/дм³;
ртуть хлорную, раствор 20 г/дм³;
ртути окись желтую по ГОСТ 5230—74 или ртути окись красную, суспензию 20 г/дм³;
титан треххлористый по ГОСТ 311—78; 2 %-ный раствор на соляной кислоте, разбавленной 1:1;
дифениламин-4-сульфо кислоты натриевую соль (дифениламино-сульфонат натрия), индикатор, раствор 0,2 г/дм³: 0,2 г индикатора растворяют в 1 дм³ фосфорной кислоты, разбавленной 1:4;
олово двухлористое, 2-водное, по ГОСТ 36—78, раствор А, 1000 г/дм³: 1000 г двухлористого олова растворяют при нагревании и перемешивании в 500 см³ соляной кислоты, разбавляют этой же кислотой до 1 дм³ и перемешивают. Раствор Б, 100 г/дм³: к 100 см³ раствора А приливают 150 см³ соляной кислоты, разбавляют водой до 1 дм³, прибавляют 2—3 гранулы металлического олова и перемешивают. Раствор хранят в закрытой склянке;
калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220—75. Если двуххромовокислый калий имеет квалификацию «ч. д. а.», его необходимо перекристаллизовать следующим образом: 100 г двуххромовокислого калия растворяют в 150 см³ воды, нагревая до кипения. Энергично размешивая, раствор выливают тонкой струей в фарфоровую чашку для получения мелких кристаллов. Охлаждают чашку с раствором холодной водой и выпавшие кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на воронке с пористой пластинкой, сушат 2—3 ч при температуре 100—150 °С, растирают в порошок и окончательно высушивают при температуре 180—200 °С в течение 10—12 час;
титрованные растворы двуххромовокислого калия: 4,3900 г (для раствора А) и 7,0239 г (для раствора Б) двуххромовокислого калия, высушенного при температуре 180—200 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 500 см³ и растворяют в 300 см³ воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

(Продолжение см. с. 51)

1 см³ раствора А соответствует 0,005 г железа;

1 см³ раствора Б соответствует 0,008 г железа.

Допускается применять титрованные растворы двуххромовокислого калия (4,4 или 7,0 г/дм³), массовую концентрацию которых по железу в г/см³ устанавливают либо по карбонильному железу, либо по стандартному образцу, проведенному через стадии анализа.

Массовую концентрацию (С) раствора двуххромовокислого калия по карбонильному железу устанавливают следующим образом: навеску железа (карбонильного) массой 0,1 г (для раствора А) или 0,2—0,3 г (для раствора Б) помещают в коническую колбу вместимостью 250—500 см³, смачивают водой, прибавляют 15—20 см³ соляной кислоты, 0,3—0,5 см³ раствора двухлористого олова А и нагревают до растворения навески, не допуская кипения. Затем проводят восстановление и титрование, как указано в п. 3.1.3.

Для внесения поправки на массу железа в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

Массовую концентрацию титрованного раствора двуххромовокислого калия (С) в граммах железа на кубический сантиметр (по железу карбонильному) вычисляют по формуле

$$C = \frac{m_1}{V - V_1},$$

где m_1 — масса навески карбонильного железа, г;

V — объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора железа, см³;

V_1 — объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

Для определения массовой концентрации раствора двуххромовокислого калия по стандартному образцу берут навеску соответствующего стандартного образца и проводят определение, как указано в пп. 3.1 или 3.2.

Массовую концентрацию (С) титрованного раствора двуххромовокислого калия в граммах железа на кубический сантиметр (по стандартному образцу) вычисляют по формуле

$$C = \frac{A \cdot m}{100(V_2 - V_1)},$$

где A — массовая доля железа в стандартном образце, %;

m — масса навески стандартного образца, г;

V_2 — объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование стандартного образца, см³;

V_1 — объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

Пункт 3.1. Наименование изложить в новой редакции: «3.1. Для материалов, содержащих до 0,1 % меди и мышьяка».

Пункт 3.1.1. Первый абзац. Заменить слова: «0,5 см³ раствора хлористого олова А и растворяют при слабом нагревании» на «и растворяют при слабом нагревании в присутствии раствора двухлористого олова А, прибавляемого по каплям до обесцвечивания раствора (0,3—0,7 см³)»;

второй абзац. Заменить слово: «кипящий» на «горячий»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Навеску пробы, содержащей сульфиды и органические примеси, перед растворением предварительно прокалывают в фарфоровом тигле при температуре 550—700 °С в течение 10—15 мин»

Пункт 3.1.2. Второй абзац. Заменить слова: «При спекании навесок легкоплавких рудных материалов не следует поднимать температуру печи выше 780 °С» на «Спекание легкоплавких рудных материалов и пиритных руд проводят при температуре 650—680 °С»;

третий абзац. Заменить слова: «приливают 0,5 см³ раствора двухлористого олова А и кипятят до исчезновения темноокрашенных частиц» на «прибавляют

(Продолжение см. с. 52)

о каплям раствор двухлористого олова А до обесцвечивания раствора (0,3—0,7 см³) и нагревают до исчезновения темноокрашенных частиц»;

четвертый абзац исключить;

пункт дополнить примечанием: «Примечание. Если при растворении навески любым способом добавлен избыток двухлористого олова (окраска хлорного железа отсутствует), прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой желтой окраски и проводят восстановление трехвалентного железа, как описано ниже».

Пункт 3.1.3. Первый абзац изложить в новой редакции: «Содержание ванадия до 0,2 %».

Восстановление проводят по одному из способов.

Способ 1. К горячему раствору, полученному по пп. 3.1.1 или 3.1.2, осторожно по каплям приливают при перемешивании раствор двухлористого олова Б до обесцвечивания раствора и 1—2 капли в избыток»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Через 5 мин после прибавления хлорной ртути приливают 10 см³ раствора дифениламинсульфоната натрия и сразу титруют раствором двуххромовокислого калия Б (при массовой доле железа менее 25 % можно использовать раствор А) до перехода зеленой окраски раствора в темно-фиолетовую»;

дополнить абзацем (после четвертого):

«Способ 2. К горячему раствору, полученному по пп. 3.1.1 или 3.1.2, осторожно по каплям при перемешивании прибавляют раствор двухлористого олова Б до соломенно-желтой окраски, затем по каплям раствор треххлористого титана до обесцвечивания и 1—2 капли в избыток. Раствор перемешивают, приливают 5 см³ хлорной кислоты, разбавленной 1:1, снова перемешивают, обмывают стенки колбы водой, приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:9, и 100—120 см³ воды. После охлаждения приливают 10 см³ раствора дифениламинсульфоната натрия, перемешивают и титруют раствором двуххромовокислого калия А или Б до перехода зеленой окраски в темно-фиолетовую».

Пункт 3.1.4. Первый абзац изложить в новой редакции: «При содержании ванадия более 0,2 % раствор, полученный по пп. 3.1.1 или 3.1.2, доливают до 100—120 см³ горячей водой, затем проводят восстановление железа по одному из способов, указанных в п. 3.1.3»;

второй абзац исключить;

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.1.5, 3.1.6: «3.1.5. Для внесения поправки на массу железа в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

3.1.6. Допускается потенциометрический способ титрования на потенциометрической установке с парой электродов: платина-насыщенный каломельный, платина-хлорсеребряный, платина-вольфрамовый до остановки стрелки вольтметра. При потенциометрическом способе титрования берут навеску пробы массой 0,3 г».

Пункт 3.2. Наименование изложить в новой редакции: «3.2. Для материалов, содержащих более 0,1 % мышьяка и меди».

Пункт 3.2.1. Первый абзац. Заменить слова: «сплавляют в корундовом тигле с 4 г смеси для сплавления при 900—1000 °С» на «помещают в корундовый или стеклоуглеродный тигель, в который предварительно помещают 1,5 г углекислого натрия, прибавляют 2,5 г перекиси натрия, тщательно перемешивают до получения однородной по цвету массы и сплавляют при 600—750 °С в корундовом тигле».

седьмой абзац изложить в новой редакции: «К раствору, нагретому до 80—90 °С приливают 1 см³ раствора фтористого аммония, затем проводят восстановление и титрование железа, как указано в п. 3.1.3. Перед прибавлением дифениламинсульфоната натрия приливают 10 см³ раствора борной кислоты»;

восьмой — одиннадцатый абзацы исключить.

Пункт 4.1. Формула и экспликация. Заменить обозначение: V на V_3 .

Пункт 4.2. Таблица. Графа «Массовая доля железа (общего), %». Заменить значение: «50», «70» на «св. 50 до 72,5».