

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/дм³ и 0,001 н.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, раствор 200 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Соль Мора по ГОСТ 4208—72.

Стандартные растворы железа:

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 гидроксида.

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 Кюппа, 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, см³;

0,002792 — титр 0,05 н. раствора бихромата калия, определяемый по железу, г/см³;

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/дм³ и раствор 160 г/дм³; готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1000 см³ наливают 500 см³ воды и затем добавляют 87 см³ 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. $0,001 \text{ моль/дм}^3$ ».

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 молярной концентрацией эквивалента $0,15 \text{ моль/дм}^3$ ».

(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)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2082.13—81)

Массовая доля железа, %	Абсолютное допустимое 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 допустимых расхождений сходимости ($d_{сх}$) и воспроизводимости (D), приведенных в таблице».

(ИУС № 1 1992 г.)