

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ И АГЛОМЕРАТЫ

ГОСТ

Метод определения нерастворимого остатка

23581.14-79

Iron ores, concentrates and agglomerates.

Method of determination of insoluble residue

Взамен

ГОСТ 12763-67

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 апреля 1979 г. № 1500 срок действия установлен

с 01.01.81

до 01.01.86

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

до 01.01.96 ИИЧС 10-25

Настоящий стандарт распространяется на железные руды, концентраты и агломераты и устанавливает гравиметрический метод определения нерастворимого в соляной кислоте остатка при массовой доле его от 0,5 до 30 %.

Метод основан на растворении руды, концентрата или агломерата в концентрированной соляной кислоте при нагревании в течение 30 мин, отделении нерастворимого остатка и взвешивании его после прокаливания.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по СТ СЭВ 224-78.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:
лечь муфельную, обеспечивающую температуру нагрева не ниже 900 °С, с терморегулятором;
эксикатор по ГОСТ 23932-79, ГОСТ 25336-82;
кальций хлористый по ГОСТ 4460-77, прокаленный при 700-900 °С, для заполнения эксикатора;
ртуть хлорную (сулему);

цинк хлористый по ГОСТ 4529—78;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1:50;

олово по ГОСТ 860—75, не ниже 99,9 %;

олово двуххлористое по ГОСТ 36—78, раствор 1000 г/дм³: к 530 г металлического олова прибавляют 30—40 см³ соляной кислоты небольшими порциями и нагревают. После прекращения реакции (выделения пузырьков) раствор охлаждают. Прозрачный раствор сливают, к остатку нерастворившегося олова приливают снова в таком же количестве соляную кислоту и снова нагревают. Такую обработку повторяют несколько раз до полного растворения олова. Раствор доливают водой до 1 дм³;

желатин пищевой по ГОСТ 11293—78, раствор 10 г/дм³: 1 г желатина помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 30—40 см³ воды и оставляют на 1 ч, периодически перемешивая. Затем стакан помещают в нагретую до кипения воду и при перемешивании растворяют желатин, после чего доливают водой до 100 см³ и вновь перемешивают. Раствор желатина без консервирующих средств пригоден в течение 1—2 сут. Чтобы сохранить раствор в течение 1—2 мес прибавляют 0,1 г хлорной ртути или 0,4 г хлористого цинка и 3—5 капель соляной кислоты на каждые 100 см³ раствора.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску руды, концентрата или агломерата массой 0,5—1,0 г помещают в стакан вместимостью 100 см³ смачивают водой, приливают 10—15 см³ соляной кислоты, 0,5 см³ раствора двуххлористого олова и перемешивают. Стакан накрывают часовым стеклом, нагревают до кипения и кипятят в течение 30 мин, не допуская бурного кипения и периодически перемешивая.

После разложения навески к охлажденному раствору приливают 1—2 см³ раствора желатина, энергично перемешивают, через 5—7 мин разбавляют горячей водой до 20—30 см³ и отфильтровывают осадок на фильтр средней плотности, содержащей небольшое количество фильтробумажной массы. Осадок количественно переносят на фильтр с помощью горячей соляной кислоты, разбавленной 1:50, затем промывают 5—6 раз указанной кислотой и горячей водой до полного удаления железа.

Фильтр с осадком помещают во взвешенный фарфоровый тигель, высушивают, озоляют и прокалывают при 800—900 °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Одновременно с определением содержания нерастворимого остатка определяют содержание гигроскопической влаги по ГОСТ 23581.1—79.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot K \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса нерастворимого остатка, г;

m — масса навески, г;

K — коэффициент пересчета содержания нерастворимого остатка на содержание его в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_r},$$

где W_r — массовая доля гигроскопической влаги, %.

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

Массовая доля нерастворимого остатка, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,5 до 1	0,06
Св. 1 » 2	0,1
» 2 » 5	0,2
» 5 » 10	0,3
» 10 » 20	0,4
» 20 » 30	0,5

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 23581.1—79 (СТ СЭВ 2848—81)	Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Метод определения содержания гигроскопической влаги	3
ГОСТ 23581.2—79	Руды железные, концентраты и агломераты. Методы определения содержания закиси марганца	5
ГОСТ 23581.3—79 (СТ СЭВ 2847—81)	Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Метод определения двухвалентного железа в пересчете на закись	16
ГОСТ 23581.4—79 (СТ СЭВ 2854—81)	Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Метод определения содержания двуокиси титана	17
ГОСТ 23581.5—79 (СТ СЭВ 2853—81)	Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Метод определения содержания хрома	22
ГОСТ 23581.6—79 (СТ СЭВ 2852—81)	Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения содержания меди	32
ГОСТ 23581.7—79 (СТ СЭВ 2851—81 и СТ СЭВ 2861—81)	Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения содержания цинка и свинца	40
ГОСТ 23581.8—79 (СТ СЭВ 2850—81)	Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения содержания мышьяка	58
ГОСТ 23581.9—79	Руды железные, концентраты и агломераты. Методы определения содержания окиси калия и окиси натрия	81
ГОСТ 23581.10—79	Руды железные, концентраты и агломераты. Метод определения содержания железа металлического	88
ГОСТ 23581.11—79	Руды железные, концентраты и агломераты. Метод определения содержания химически связанной воды	92
ГОСТ 23581.12—79 (СТ СЭВ 2849—81)	Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения химически связанной воды	92
ГОСТ 23581.13—79 (СТ СЭВ 3595—82)	Руды железные, концентраты и агломераты. Метод определения потери массы при прокаливании	98
ГОСТ 23581.14—79	Руды железные, концентраты и агломераты. Метод определения нерастворимого остатка	101

Редактор В. С. Бобкова

Технический редактор Л. Я. Митрофанова

Корректор О. Я. Чернецова

Сдано в наб. 26.01.84 Подп. в печ. 13.02.85 6,5 п. л. 6,625 усл. кр.-отг. 6,61 уч.-изд. л.
Тир. 8000 Цена 35 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопрессинский пер. 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 356

Изменение № 1 ГОСТ 23581.14—79 Руды железные, концентраты и агломераты. Методы определения нерастворимого остатка

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 04.07.85 № 2137 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0709.

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Метод определения нерастворимого остатка»

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets. Method of determination of insoluble residue».

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слова: «и агломераты» на «агломераты и окатыши»; второй абзац. Заменить слова: «и агломерата» на «агломерата или окатыша».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: СТ СЭВ 1224—78 на ГОСТ 23581.0—80.

Пункт 2.1. Четвертый абзац. Заменить значение: 900 °С на 800 °С;

девятый абзац до слов «прибавляют 30—40 см³ соляной кислоты» изложить в новой редакции: «Олово двухлористое 2-водное по ГОСТ 36—78, раствор 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. Указанный раствор можно приготовить также следующим образом: к 530 г металлического олова»;

(Продолжение см. с. 60)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23581.14—79)

десятый абзац. Заменить слова: «желатин пищевой по ГОСТ 11293—78» на «желатин по ГОСТ 23058—78».

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова: «или агломерата» на «агломерат или окатыша».

Пункт 4.2. Исключить слово: «параллельных».

(ИУС № 10 1985 г.)