

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОНЦЕНТРАТ БАРИТОВЫЙ

Метод определения пирита

Barite concentrate.
Method for determination of pyrite

Дата введения 1997—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на баритовые концентраты и баритовые утяжелители и устанавливает метод определения пирита от 0,5 до 7 %.

Метод основан на извлечении окисленных минералов железа соляной кислотой и определении пирита в нерастворимом остатке титрованием железа трилоном Б при рН 1—2 в присутствии индикатора сульфосалициловой кислоты.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативно-технические документы:

- ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия
- ГОСТ 3117—78 Аммоний уксуснокислый. Технические условия
- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3640—79 Цинк. Технические условия
- ГОСТ 3769—78 Аммоний сернокислый. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 4478—78 Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия
- ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты. Технические условия
ТУ 6—09—1509—78 Ксиленоловый оранжевый, индикатор
ТУ 6—09—5294—86 Цинк гранулированный

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа и требования безопасности — по ГОСТ 30240.0.

4 АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Электродпечь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева до 700 °С.

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и растворы с объемной долей 2 % и 1 моль/дм³.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей 20 %.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Аммоний серноокислый по ГОСТ 3769.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор с массовой долей 20 %.

Буферный раствор с pH 5,7±0,1: к раствору уксуснокислого аммония прибавляют уксусную кислоту до pH 5,6—5,8; pH раствора проверяют с помощью pH-метра.

Ксиленоловый оранжевый, индикатор, по ТУ 6—09—1500, раствор с массовой долей 0,5 %.

Цинк по ГОСТ 3640 не ниже марки Ц1 или цинк металлический гранулированный по ТУ 6—09—5294.

Стандартный раствор цинка: 1,0000 г цинка помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, прибавляют 10—15 см³ воды и небольшими порциями, по 5—10 см³, соляную кислоту до полного растворения металла и затем еще 40 см³. Раствор нагревают до кипения, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 1 мг цинка.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652; раствор 0,025 моль/дм³; готовят из фиксанала или следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в воде, если раствор мутный, его фильтруют, разбавляют до 1 дм³ водой и перемешивают.

Для установки титра раствора по пириту 20,0 см³ стандартного раствора цинка помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, разбавляют водой до 200 см³ и нейтрализуют аммиаком 1:1 в присутствии 1—2 капель ксиленолового оранжевого до появления бледно-розовой окраски раствора. Затем добавляют 8 г сернокислого аммония, 30 см³ буферного раствора и титруют цинк до перехода окраски в желтую.

Титр раствора трилона Б T по пириту, г/см³, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot 1,8354}{V}, \quad (1)$$

где m — масса навески цинка, соответствующая аликвотной части стандартного раствора, г.

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

5 ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску баритового концентрата массой 2,0000 г (при массовой доле пирита до 1 %) и 1,0000 г (при массовой доле пирита свыше 1 %) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ соляной кислоты и кипятят 10 мин. Приливают 35 см³ воды, раствор доводят до кипения и фильтруют содержимое колбы через двойной фильтр типа «белая лента». Осадок промывают 7—9 раз горячим раствором соляной кислоты с объемной долей 2 %. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, сушат, озоляют и прокалывают в муфельной печи при 500—700 °C.

Осадок после прокалывания переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ соляной кислоты и кипятят 10 мин. К кипящему раствору прибавляют 2—3 см³ азотной кислоты, кипятят 2—3 мин, приливают 30—40 см³ воды и кипятят еще 10 мин. Нерастворимый остаток отфильтровывают через тампон из

фильтробумажной массы; колбу и остаток 7—9 раз промывают горячим раствором соляной кислоты с объемной долей 2 %. Фильтрат нагревают до 60—70 °С, приливают 8—10 капель раствора сульфосалициловой кислоты и нейтрализуют аммиаком 1:1 до перехода красно-фиолетовой окраски в оранжевую. Затем прибавляют 10 см³ соляной кислоты 1 моль/дм³ и титруют железо раствором трилона Б до перехода окраски из красно-фиолетовой в желтую.

6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 Массовую долю пирита X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

T — титр раствора трилона Б по пириту, г/см³;

m — масса навески пробы, г.

6.2 Расхождения результатов параллельных определений d (разность большего и меньшего результатов параллельных определений) и результатов анализа D (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблице 1.

6.3 Контроль точности анализа осуществляют с помощью стандартных образцов по ГОСТ 30240.0.

6.4 Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P=0,95$) не должна превышать предела Δ при выполнении условий 6.2 и положительных результатах контроля точности анализа по 6.3 (таблица 1).

Таблица 1

В процентах

Массовая доля пирита	Δ	d	D
0,50	0,08	0,08	0,11
1,00	0,10	0,11	0,14
2,00	0,13	0,14	0,19
3,00	0,17	0,18	0,24
4,00	0,20	0,21	0,28
5,00	0,21	0,22	0,30
6,00	0,23	0,24	0,32
7,00	0,24	0,26	0,34

Значения Δ , d , D для промежуточных массовых долей находят методом линейной интерполяции.

УДК 622.368.98—15:549.324.31.06:006.354 ОКС 73.060 А39
ОКСТУ 2141

Ключевые слова: концентрат баритовый, методы анализа, пирит