ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ И АГЛОМЕРАТЫ

ΓΟCT 23581.14—79

Метод определения нерастворимого остатка

2000;;;;--/

lron 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

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:

печь муфельную, обеспечивающую температуру нагрева не ниже 900°C, с терморегулятором;

эксикатор по ГОСТ 23932—79, ГОСТ 25336—82;

жальций хлористый по ГОСТ 4460—77, прокаленный при 700—900°C, для заполнения эксикатора;

ртуть хлорную (сулему);

цинк хлористый по ГОСТ 4529—78; кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавлениую 1:50; олово по ГОСТ 860—75, не ниже 99.9 %;

олово двухлористое 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 спова 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 двухлористого 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 прокаливают при 800—900°С де 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 вычнеляют по формуле

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

где m_1 — масса нерастворимого остатка, г;

т — масса навески, г;

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

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

где W_г — 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 додя	Допускаемое
нерастворимого остатка, %	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

СОДЕРЖАНИЕ

ΓΟCT 23581.1—79 (CT €ЭВ 2848—81)	Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Метод определения содержания гигроскопи-	3
ГОСТ 23581.2—79	ческой влаги	5 5
ΓΟCT 23581.3—79 (CT CЭB 2847—81)	Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Метод определения двухвалентного желе-	
FOCT 23581.4—79	за в пересчете на закись . Руды железные, концентраты, агломераты и ока-	16
(CT C9B 2854—81) FOCT 23581.5—79	тыши. Метод определения содержания двуокиси титана	17
(СТ СЭВ 2853—81) ГОСТ 23581.6—79	тыши. Метод определения содержания хрома. Руды железные, концентраты, агломераты и ока-	22
(CT C9B 2852—81) FOCT 23581.7—79	тыши. Методы определения содержания меди Руды железные, концентраты, агломераты и ока-	32
(СТ СЭВ 2851—81 и СТ СЭВ 2861—81) ГОСТ 23581.8—79)	тыши. Методы определения содержания цинка жевинца	49
СТ 23381.8—79) (СТ СЭВ 2850—81) ГОСТ 23581.9—79	тыши. Методы определения содержания мышьяка Руды железные, концентраты и агломераты. Мето-	5 8
ΓΟCT 23581.10—79	ды определения содержания углерода Руды железные, концентраты и агломераты. Ме-	68
TO CT 00501 11 50	тоды определения содержания окиси калия и окиси натрия	81
FOCT 23581.11—79	Руды железные, концентраты и агломераты. Метод определения содержания железа металлического	88
ΓΟCT 23581.12—79 (CT CЭB 2849—81)	Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения химически связанной	00
ГОСТ 23581.13—79	воды	92
(СТ СЭВ 3595—82) ГОСТ 23581.14—79	тод определения потери массы при прокаливании Руды железные, концентраты и агломераты. Метод определения нерастворимого остатка	98 101
	тод определения перастворимого остатка	7 A T

Редактор В. С. Бобкова Технический редактор Л. Я. Митрофанова Корректор О. Я. Чернецова

Сдано в наб. 25.01.84 Подп. в печ. 13.02.85 6,5 п. л. 6,625 усл. кр.-отт. 6,51 уч.-изд. л. Тир. 8000 Цена 35 коп.

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

c 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 residues.

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 1900 г/дм³: 1000 г двухлористого олова растворяют при нагревании и переменивании 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».

«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.)