

## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ТИТАНОМАГНЕТИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ,  
АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ  
ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ

Метод определения залежи железа

Titanomagnetite ores, ironvanadium  
concentrates, agglomerates and pellets.Method for determination  
of ferrous oxide

ГОСТ 18262.3—88

ОКСТУ 0720

Срок действия с 01.01.90  
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на титаномагнетитовые руды, концентраты, агломераты и окатыши железованадиевые и устанавливает титриметрический метод определения двухвалентного железа в пересчете на залежь при массовой доле от 1 до 40 %.

Метод основан на растворении навески пробы в соляной кислоте в присутствии фтористого натрия и натрия углекислого и титровании ионов двухвалентного железа раствором двуххромовокислого калия в присутствии индикатора дифениламиносульфоната натрия.

При наличии в пробе металлического железа его предварительно растворяют обработкой навески раствором хлорного железа ( $\text{pH}=1.00 \pm 0.05$ ) в присутствии хлористого калия.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 18262.0.

## 2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Встряхивающая машина.

pH-метр.

Кружочки фарфоровые или фторопластовые диаметром 1,5—2 см с отверстиями.

Асбестовый шнур.

Асбест для фильтрования готовят следующим образом: 100—200 г шнурового асбеста нарезают небольшими кусочками, поме-

щают в стакан вместимостью 1–2 дм<sup>3</sup>, приливают 400–500 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят в течение 2–3 ч, отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают горячей водой и снова обрабатывают соляной кислотой при нагревании, отфильтровывают и промывают горячей водой до удаления следов железа (контроль по роданистому аммонию). Промытый асбест помещают в фарфоровую чашку, высушивают, прокаливают при 900–1000 °С в течение 1 ч и охлаждают. Прокаленный асбест хранят в банке с пробкой.

Железо карбонильное, ос. ч.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463.

Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201 и раствор массовой концентрации 40 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4 и 1:25, насыщенная углекислым газом.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор массовой концентрации 30 г/дм<sup>3</sup>.

Железо треххлористое 6-водное по ГОСТ 4147, раствор массовой концентрации 160 г/дм<sup>3</sup>, готовят следующим образом: 160 г треххлористого железа растворяют в 1 дм<sup>3</sup> воды и фильтруют через фильтр средней плотности. Устанавливают pH раствора 1,00±0,05 на pH-метре добавлением раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1.

Дифениламин-4-сульфокислоты натриевая соль (дифениламинсульфонат натрия), индикатор, раствор массовой концентрации 0,2 г/дм<sup>3</sup> на фосфорной кислоте, приготовленный следующим образом: 0,1 г индикатора растворяют в 400 см<sup>3</sup> воды, приливают 100 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты и перемешивают.

Ртуть окись желтая по ГОСТ 5230 или ртуть окись красная.

Ртуть хлорная, раствор концентрации 20 г/дм<sup>3</sup>, который можно приготовить также следующим образом: 16 г окиси ртути растирают с небольшим количеством воды до образования кашицы, к которой осторожно приливают 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты при перемешивании. Затем приливают 200 см<sup>3</sup> воды, охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, раствор фильтруют, разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Олово двуххлористое 2-водное, раствор массовой концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>, приготовленный следующим образом: 10 г соли растворяют в 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты при нагревании. После охлаждения разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Стандартный раствор железа готовят следующим образом: 1,000 г карбонильного железа растворяют в 80 см<sup>3</sup> соляной кислоты, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

доливают до метки водой и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 0,001 железа.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220. Если двухромовокислый калий, имеющий квалификацию «х. ч.» или «ч. д. а.», используется для приготовления стандартного раствора, его необходимо перекристаллизовать следующим образом: 100 г двухромовокислого калия растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды при нагревании до кипения. Энергично перемешивая, раствор выливают тонкой струей в фарфоровую чашку для получения мелких кристаллов. Охлаждают раствор холодной водой и выпавшие кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на воронке с перистой пластинкой, сушат 2–3 ч при 100–150 °C, растирают в порошок и окончательно высушивают при 180–200 °C в течение 10–12 ч. Перекристаллизацию реактива квалификации «ч. д. а.» повторяют.

стандартные растворы двухромовокислого калия готовят следующим образом: 3,4122 г (для раствора А) и 1,7061 г (для раствора Б) двухромовокислого калия, перекристаллизованного и высушенного при 180–200 °C до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup> и растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают 1 см<sup>3</sup> раствора А соответствует 0,005 г залиси железа.

1 см<sup>3</sup> раствора Б соответствует 0,0025 г залиси железа.

Допускается применять титрованные растворы двухромовокислого калия 3,4 и 1,7 г/лм<sup>3</sup>, массовую концентрацию которых устанавливают по карбонильному железу или по стандартному образцу, проведенному через стадии анализа.

Массовую концентрацию (C) титрованного раствора двухромовокислого калия в граммах залиси железа на кубический сантиметр, установленную по стандартному образцу, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m A}{(1 - V_1) 100} \cdot$$

где *m* — масса навески высущенной пробы стандартного образца, г;

*A* — массовая доля залиси железа в стандартном образце, %;

*V* — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора стандартного образца см<sup>3</sup>;

*V*<sub>1</sub> — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>.

Массовую концентрацию титрованного раствора двухромовокислого калия по карбонильному железу устанавливают следующим образом. Навеску карбонильного железа массой 0,1 г (для

раствора 3,4 г/дм<sup>3</sup>) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, смачивают водой, прибавляют 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты 2,0–2,5 см<sup>3</sup> раствора двуххлористого олова и растворяют при нагревании, не допуская кипения. Для установления массовой концентрации титрованного раствора двуххромовокислого калия 1,7 г/дм<sup>3</sup> в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора железа и приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Затем к раствору, полученному тем или другим способом, приливают 100 см<sup>3</sup> горячей воды. Если при растворении карбонильного железа введен избыток двуххлористого олова, к раствору прибавляют по каплям при перемешивании раствор марганцовокислого калия до устойчивой же этой окраски. Затем раствор нагревают до 80–90 °С, прибавляют по каплям при перемешивании раствор двуххлористого олова до обесцвечивания и 1–2 капли в избыток. После восстановления железа стеки колбы обмывают водой, приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:4, раствор охлаждают, приливают 5 см<sup>3</sup> хлорной ртуты и перемешивают. Через 5 мин приливают 10 см<sup>3</sup> раствора дифениламинсульфоната натрия и титруют соответствующим раствором двуххромовокислого калия до устойчивой темно-фиолетовой окраски раствора.

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

$$C = \frac{m \cdot 1,2865}{V_2 - V_1},$$

где *m* — масса карбонильного железа, взятая для установления массовой концентрации раствора двуххромовокислого калия, г;

*V*<sub>2</sub> — объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора карбонильного железа, см<sup>3</sup>;

*V*<sub>1</sub> — объем раствора, двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

1,2865 — коэффициент пересчета железа на закись железа.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

#### 3.1. Для материалов, не содержащих металлическое железо

Навеску массой 0,25–0,5 г (в зависимости от предполагаемого содержания закиси железа) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, прибавляют 0,5 г фтористого натрия, 2 г кислотного углекислого натрия, приливают 25 см<sup>3</sup> соляной кислоты и быстро закрывают колбу пробкой с отводной трубкой. Конец отводной трубки помещают в стакан для сбора конденсата. Вместо отводной трубки для изоляции раствора от кислорода воздуха можно

использовать гидрозатвор любой конструкции, заполненный раствором натрия углекислого кислого (например насадку Канта-Гекеля), или клапан Бунзена. Содержимое колбы быстро нагревают до кипения и кипятят до полного разложения навески. При растворении не допускают прекращения кипения раствора, чтобы избежать попадания воздуха в реакционную колбу. После окончания растворения конец отводной трубки опускают в колбу, содержащую раствор кислого углекислого натрия. Колбу снимают с плиты и охлаждают в проточной воде не вынимая трубку из раствора. После охлаждения раствора вынимают пробку, обмывают ее водой, прибавляют 100—120 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:25, 10 см<sup>3</sup> раствора дифениламинсульфоната натрия и титруют раствором двухромовокислого калия А (при массовой доле закиси железа более 10 %) или раствором Б (при массовой доле закиси железа до 10 %) до устойчивой темно-фиолетовой окраски раствора.

### 3.2. Для материалов, содержащих металлическое железо

Навеску массой 0,25—0,5 г помещают в сухую коническую колбу вместимостью 250—500 см<sup>3</sup>, прибавляют 5 г хлористого калия, приливают 30 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа. Колбу закрывают пробкой и перемешивают раствор в течение 30 мин на встряхивающей машине. После растворения металлического железа колбу открывают, обмывают пробку водой и фильтруют раствор через слой уплотненного асбеста, помещенного в стеклянную воронку диаметром 5—6 см на фторопластовую или фарфоровую кружечек с отверстиями. Колбу промывают 4 раза, а осадок на асбестовом фильтре 8 раз холодной водой методом декантации, сливая жидкость с отстоявшегося осадка.

В колбу, в которой проводили растворение металлического железа, прибавляют 0,5 г фтористого батрия, 2 г натрия углекислого кальция, переносят количество осадка вместе с асбестом и кружечками и прибавляют 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Колбу быстро закрывают пробкой с отводной трубкой. Конец отводной трубки помещают в стакан для сбора конденсата. Вместо отводной трубки для изоляции раствора от воздуха можно использовать гидрозатвор любой конструкции, заполненный раствором кислого углекислого натрия (например насадку Канта Гекеля), или клапан Бунзена. Содержимое колбы быстро нагревают до кипения и кипятят до полного разложения навески. При растворении не допускают прекращения кипения, чтобы избежать попадания воздуха в реакционную колбу. После растворения навески конец отводной трубки опускают в колбу, содержащую раствор кислого углекислого натрия. Колбу снимают с плиты, охлаждают в проточной воде, не вынимая трубку из раствора. После охлаждения раствора вынимают трубку, обмывают ее водой, прибавляют 100—120 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:25, 100 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> раствора дифениламинсульфо-

иата натрия и титруют раствором двухромовокислого калия А (при массовой доле залеса более 10 %) или раствором Б (при массовой доле залеса менее 10 %) до устойчивой темно-фиолетовой окраски раствора.

3.3. Для внесения поправки на содержание двухвалентного железа в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю залеса железа ( $X_{FeO}$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $C$  — массовая концентрация раствора двухромовокислого калия по залесу железа, г/см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески высущенной пробы, г.

4.2. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должно превышать величинны, указанной в таблице.

Массовая доля залеса железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 1 до 2 включ.	0,1
1 > 2 > 5	0,2
> 5 > 10	0,3
> 10 > 20	0,4
> 20 > 40	0,5

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

### ИСПОЛНИТЕЛИ

И. М. Кузьмин, Л. В. Камаева (руководитель темы), Н. А. Зобнина, Н. Н. Шавкунова, Ю. В. Баринов, К. Е. Юрочкина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16.12.88 № 4190

3. Срок первой проверки — 1998 г.

Периодичность проверки — 8 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 18262.3-72

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 3118-77	2	ГОСТ 4463-76	2
ГОСТ 4147-74	2	ГОСТ 5230-74	2
ГОСТ 4201-79	2	ГОСТ 6552-80	2
ГОСТ 4204-77	2	ГОСТ 18262.9-88	1
ГОСТ 4220-75	2	ГОСТ 20490-75	2
ГОСТ 4234-77	2		