УДК 622.349.42 : 543.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ТИТАНОМАГНЕТИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ

Метод определения закиси железа

ГОСТ 18262.3—88

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

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 закись 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 двухромовокислого калия в присутствии индикатора дифениламиносульфоната натрия.

При наличии в пробе металлического железа его предварительно растворяют обработкой навески раствором хлорного железа (pH=1,00±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-

Издание официальное Перепечатка воспрещена

щают в стакан вместимостью 1—2 дм³, приливают 400—500 см³ 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/дм³.

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/дм³.

Железо треххлористое 6-водное по ГОСТ 4147, раствор массовой концентрации 160 г/дм³, готовят следующим образом: 160 г треххлористого железа растворяют в 1 дм³ 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/дм³ на фосфорной кислоте, приготовленный следующим образом: 0,1 г индикатора растворяют в 400 см³ воды, приливают 100 см³ фосфорной кислоты и перемешивают.

Ртути окись желтая по ГОСТ 5230 или ртути окись красная.

Ртуть хлорная, раствор концентрации 20 г/дм³, который можно приготовить также следующим образом: 16 г окиси ртути растирают с небольшим количеством воды до образования кашицы, к которой осторожно приливают 50 см³ соляной кислоты при перемешивании. Затем приливают 200 см³ воды, охлаждают, приливают 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, раствор фильтруют, разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают.

Олово двухлористое 2-водное, раствор массовой концентрации 100 г/дм³, приготовленный следующим образом: 10 г соли растворяют в 10 см³ соляной кислоты при нагревании. После охлаждения разбавляют водой до 100 см³ и перемешивают.

Стандартный раствор железа готовят следующим образом: 1,000 г карбонильного железа растворяют в 80 см³ соляной кислоты, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³,

доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ 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 см³ 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 пористой пластинкой, сушат 2—3 ч при 100—150 °С, растирают в порошок и окончательно высушивают при 180—200 °С 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 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют в 100 см³ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора А соответствует 0,005 г закиси железа.

1 см³ раствора Б соответствует 0,0025 г закиси железа.

Допускается применять титрованные растворы двухромовокислого калия 3,4 и 1,7 г/дм³, массовую концентрацию которых устанавливают по карбонильному железу или по стандартному образцу, проведенному через стадии анализа.

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

$$C = \frac{mA}{(V - V_1) \cdot 100},$$

где m — масса навески высушенной пробы стандартного образца, г;

A — массовая доля закиси железа в стандартном образце, %;

V — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора стандартного образца, см³;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

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

раствора 3,4 г/дм³) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, смачивают водой, прибавляют 20 см³ соляной кислоты 2,0–2,5 см³ раствора двухлористого олова и растворяют при нагревании, не допуская кипения. Для установления массовой концентрации титрованного раствора двухромовокислого калия 1,7 г/дм³ в коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают 10 см³ стандартного раствора железа и приливают 10 см³ соляной кислоты. Затем к раствору, полученному тем или другим способом, приливают 100 см³ горячей воды. Если при растворении карбонильного железа введен избыток двухлористого олова, к раствору прибавляют по каплям при перемешивании раствор марганцовокислого калия до устойчивой желтой окраски. Затем раствор нагревают до 80–90 °С, прибавляют по каплям при перемешивании раствор двухлористого олова до обесцвечивания и 1–2 капли в избыток. После восстановления железа стенки колбы обмывают водой, приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, раствор охлаждают, приливают 5 см³ хлорной ртути и перемешивают. Через 5 мин приливают 10 см³ раствора дифениламинсульфоната натрия и титруют соответствующим раствором двухромовокислого калия до устойчивой темно-фиолетовой окраски раствора.

Массовую концентрацию (C) раствора двухромовокислого 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 двухромовокислого калия, г;

V_2 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора карбонильного железа, см³;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

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 см³, прибавляют 0,5 г фтористого натрия, 2 г кислого углекислого натрия, приливают 25 см³ 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 Конта-Геккеля), 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 см³ серной кислоты, разбавленной 1:25, 10 см³ 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 см³, прибавляют 5 г хлористого калия, приливают 30 см³ 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 фторопластовый или фарфоровый кружочек 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 натрия, 2 г натрия углекислого кислого, переносят количественно осадок вместе с асбестом и кружочками и прибавляют 50 см³ 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 Конта Геккеля), 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 см³ серной кислоты, разбавленной 1:25, 100 см³ воды, 10 см³ раствора дифениламинсульфо-

ната натрия и титруют раствором двухромовокислого калия А (при массовой доле закиси железа более 10 %) или раствором Б (при массовой доле закиси железа 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 закиси 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 закиси железа, г/см^3;

V_2 – объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_1 – объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см^3;

m – масса навески высушенной пробы, г.

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

Массовая доля закиси железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 1 до 2 включ.	0,1
Св. 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 18262.0—88	1
ГОСТ 4220—75	2	ГОСТ 20490—75	2
ГОСТ 4234—77	2		