

## 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 титаномagnetитовые 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 дихромовокислого калия в присутствии индикатора дифениламиносульфоната натрия.

При наличии в пробе металлического железа его предварительно растворяют обработкой навески раствором хлорного железа ( $pH=1,00\pm 0,05$ ) 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, помещают

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 аммонiu). 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 рН раствора 1,00 ± 0,05 на рН-метре добавлением раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1.

Дифениламин-4-сульфокислоты натриевая соль (дифениламин-сульфонат 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 двуххромовокислый** по ГОСТ 4220. Если двуххромовокислый калий, имеющий квалификацию «х. ч.» или «ч. д. а.», используется для приготовления стандартного раствора, его необходимо перекристаллизовать следующим образом: 100 г двуххромовокислого 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 выпаивают кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на воронке с перистой 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 двуххромовокислого калия готовят следующим образом: 3,4122 г (для раствора А) и 1,7061 г (для раствора Б) двуххромовокислого калия, перекристаллизованного и высушенного при 180—200 °С 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 закиси железа.

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

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

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

$$C = \frac{m A}{(V - V_1) 100},$$

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

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

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

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

Массовую концентрацию титрованного раствора двуххромовокислого 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 двухлористого 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 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 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:4, раствор охлаждают, приливают 5 см<sup>3</sup> хлорной ртути 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 ( $C$ ) 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;

$V_2$  — объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора карбонильного железа, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — 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 металлического железа

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 кислого углекислого натрия, приливают 25 см<sup>3</sup> соляной кислоты и быстро закрывают колбу пробкой с отводной трубкой. Конiec 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 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:25, 10 см<sup>3</sup> раствора дифениламинсульфоната натрия и титруют раствором двуххромовокислого 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 откручивают, обмывают пробку водой и фильтруют раствор через слой уплотненного асбеста, помещенного в стеклянную воронку диаметром 5—6 см на фторопластовый или фарфоровый кружок 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 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 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 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:25, 100 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> раствора дифениламинсульфо-

ната натрия и титруют раствором двуххромовокислого 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 двуххромовокислого калия по закиси железа, г/см<sup>3</sup>;

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

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

$m$  — масса навески высушенной пробы, г.

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

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