

**руды титаномагнетитовые, концентраты,****агломераты и окатыши****железованадиевые****Метод определения железа****ГОСТ 18262.2—88**

Titanomagnetite ores, iron-vanadium  
concentrates, agglomerates and pellets.  
Method for determination of iron

ОКСТУ 0720

Срок действия с 01.01.96  
до 01.01.2000

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на титаномагнетитовые руды, железованадиевые концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает титриметрический метод определения железа при массовой доле от 10 до 72 %.

Метод основан на восстановлении трехвалентного железа раствором двуххлористого олова в слабосолянокислой среде ( $\sim 1,7$  моль/дм<sup>3</sup>) до двухвалентного и титровании последнего раствором двухромовокислого калия в присутствии фтористого аммония и индикатора дифениламинсульфоната натрия; влияние ванадия при этом устраняется.

## **1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 18262.0.

## **2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 1000 °C.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563.

Тигли фарфоровые низкие № 3 или № 4 по ГОСТ 9147.

Железо карбонильное, ос. ч.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Олово по ГОСТ 860 или олово гранулированное.

Магния окись по ГОСТ 4526, предварительно прокаленная при 600—800 °C и просеянная через сито 0,5 мм после растирания в фарфоровой ступке.

Мука пшеничная, высушеннная при 105—110 °C.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712.

Смесь для спекания А безводный углекислый натрий смешивают с мукой, высушенной при 105—110 °C, и окисью магния в соотношении 3:2:0,5. Смесь хранят в банке с пробкой.

Смесь для спекания Б безводный углекислый натрий смешивают с аммонием щавелевокислым или щавелевой кислотой и азотно-кислым калием в соотношении 10:4:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:2, 1:4 и 1:50.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 и 1:4.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518, растворы 400 г/дм<sup>3</sup> и 100 г/дм<sup>3</sup> (хранят в полиэтиленовой посуде).

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Дифениламин-4-сульфокислоты натриевая соль, (дифениламин сульфонат натрия), индикатор водный раствор 0,2 г/дм<sup>3</sup>. Допускается готовить раствор следующим образом: 0,1 г индикатора растворяют в 400 см<sup>3</sup>, прибавляют 100 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты и тщательно перемешивают.

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

Ртуть окись желтая по ГОСТ 5230 или ртуть окись красная, суспензия массовой концентрации 20 г/дм<sup>3</sup>.

Ртуть хлорная, раствор массовой концентрации 20 г/дм<sup>3</sup>, который можно приготовить также из 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 по нормативно-технической документации и растворы массовой концентрации 1000 и 100 г/дм<sup>3</sup>, приготовленные следующим образом.

Раствор А, 1000 г/дм<sup>3</sup>: 1000 г двуххлористого олова растворяют при нагревании и перемешивании в 500 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавляют этой же кислотой до 1 дм<sup>3</sup> прибавляют несколько гранул или кусочков (5—10 г) металлического олова, перемешивают и хранят раствор в склянке с пробкой.

Раствор Б, 100 г/дм<sup>3</sup>: 100 см<sup>3</sup> раствора А разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают или 10 г двуххлористого олова растворяют

в 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты при нагревании, разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220. Реактив квалификации «х. ч.» или «ч. д. а.», используемый для приготовления стандартного раствора, перекристаллизовывают следующим образом: 100 г двухромовокислого калия растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, нагревая до кипения. Энергично перемешивая, раствор выливают тонкой струей в фарфоровую чашку для получения мелких кристаллов. Охлаждают чашку с раствором холодной водой и выпавшие кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на воронке с пористой пластинкой, сушат 2–3 ч при 100–105°C, растирают в порошок и окончательно высушивают при 180–200°C в течение 10–12 ч. Реактив квалификации «ч. д. а.» перекристаллизовывают 2 раза.

Стандартные растворы двухромовокислого калия: 4,3900 г (для раствора А) и 7,0239 г (для раствора Б) двухромовокислого калия, перекристаллизованного и высшенного при 180–200°C до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup> и растворяют в 300 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 железа,

1 см<sup>3</sup> раствора Б соответствует 0,008 г железа.

Допускается применять титрованные растворы двухромовокислого калия, приготовленные следующим образом: 47,28; 52,95; 79,01 или 126,36 г двухромовокислого калия растворяют в 18 дм<sup>3</sup> воды, перемешивают и устанавливают массовую концентрацию полученных растворов либо по стандартному образцу, проведенному через стадии анализа, либо по карбонильному железу.

Массовую концентрацию (С) раствора двухромовокислого калия по карбонильному железу устанавливают следующим образом: навеску карбонильного железа массой 0,1–0,3 г помещают в колбу вместимостью 250–500 см<sup>3</sup>, смачивают водой, приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, прибавляют 0,2–0,5 г или 0,2–0,5 см<sup>3</sup> раствора двуххлористого олова А и нагревают до растворения, не допуская кипения. Затем продолжают определение по п. 3.1.2.

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

$$C = \frac{m_1}{V V_1},$$

где  $m_1$  — масса навески карбонильного железа, г;

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

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

Для определения массовой концентрации раствора двухромово-кислого калия по стандартному образцу берут навеску соответствующего стандартного образца и проводят определение по п. 3.1 или 3.2.

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

$$C = \frac{A \cdot m}{10(V_2 - V_1)},$$

где  $A$  — массовая доля железа в стандартном образце, %;  
 $m$  — масса навески высущенной пробы стандартного образца, г;

$V_2$  — объем раствора двухромокислого калия, израсходованный на титрование раствора стандартного образца, см<sup>3</sup>;

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

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

#### 3.1. Кислотное разложение

3.1.1. Навеску массой 0,25—0,50 г помещают в колбу вместимостью 250—500 см<sup>3</sup>, смачивают водой, приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора фтористого аммония 400 г/дм<sup>3</sup> или 5·10 капель фтористоводородной кислоты. Для ускорения растворения прибавляют 0,1—0,3 г кристаллического двухлористого олова или 0,1—0,3 см<sup>3</sup> раствора А двухлористого олова, накрывают колбу и нагревают до растворения, не допуская кипения. При необходимости в процессе растворения добавляют двухлористое олово, чтобы раствор в конце растворения был бесцветный.

3.1.2. К горячему раствору приливают по капле при перемешивании раствор марганцовокислого калия до устойчивой желтой окраски, приливают 100 см<sup>3</sup> горячей воды, снова раствор нагревают до 80—90 °С и прибавляют по каплям при перемешивании раствор двухлористого олова Б до обесцвечивания раствора и 1—2 капли в избыток. После восстановления железа стеки колбы обмывают водой, приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:4, и перемешивают. Раствор охлаждают, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора хлорной ртути или суспензии окиси ртути и снова перемешивают.

При этом должен образоваться небольшой белый осадок хлористой ртути. Если осадок не образуется или его образуется слишком много и он окрашен в темный цвет металлической ртути, анализ следует повторить.

Через 5 мин приливают 10 см<sup>3</sup> дифениламиносульфоната натрия, 10 см<sup>3</sup> раствора фтористого аммония массовой концентрации 100 г/дм<sup>3</sup> и сразу титруют раствором двухромовокислого калия соответствующей концентрации до получения устойчивой темно-фиолетовой окраски.

3.1.3. Если навеска полностью не растворяется (в случае труднопрорастворимых материалов), к раствору, полученному по п. 3.1.1, после растворения основной массы навески прибавляют горячую соляную кислоту, разбавленную 1:50, до объема раствора 25 см<sup>3</sup>, отфильтровывают остаток на фильтр средней плотности, уплотненный небольшим количеством фильтробумажной массы, и промывают фильтр с остатком 5—7 раз горячей соляной кислотой, разбавленной 1:50. Фильтрат собирают в коническую колбу вместимостью 250—300 см<sup>3</sup> и сохраняют в качестве основного раствора.

Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, озолят и прокаливают до полного выгорания углеродистых частиц фильтра. Остаток в тигле смачивают несколькими каплями серной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 5—6 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и выпаривают до прекращения выделения паров серного ангидрида. К остатку прибавляют 2—4 г пиросернокислого калия и сплавляют в муфельной печи при 650—700 °С до получения прозрачного плава. Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup> и выщелачивают плав в 25—30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:4. Тигель извлекают из стакана и обмывают водой.

К полученному раствору прибавляют 1—2 капли перекиси водорода, перемешивают, разбавляют водой до 50 см<sup>3</sup> и нагревают до кипения. К горячему раствору прибавляют аммиак до начала выпадения гидроокисей и 2—3 см<sup>3</sup> в избыток. Вновь нагревают раствор до кипения и после отстаивания осадка последний отфильтровывают на фильтр средней плотности. Осадок на фильтре промывают 4—5 раз горячей водой, к которой добавлен аммиак до явного захала. Фильтрат отбрасывают. Осадок на фильтре растворяют 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:2, приливая ее небольшими порциями. Фильтр промывают 1—5 раз горячей соляной кислотой, разбавленной 1:50. Полученный раствор присоединяют к основному раствору, нагревают до 80—90 °С далее анализ продолжают, как указано в п. 3.1.2.

### 3.2 Разложение спеканием

Навеску массой 0,25—0,50 г помещают в фарфоровый тигель с неповрежденной глазурью и перемешивают с 1,5 г смеси для спекания А или Б до получения однородной по цвету массы.

Полученную смесь заморачивают в конденсаторную или папиросную бумагу, одновременно уплотняя ее, и очищают тигель от остатков 0,1—0,2 г применяемой смеси для спекания и остаток присоединяют к основной смеси. Ампулообразный кулечек поме-

щают в другой фарфоровый тигель, наполненный на  $\frac{3}{4}$  объема окисью магния, и осторожно озоляют при 500—600 °С, затем прогревают при 850—900 °С (со смесью Б или при 950—1000 °С (со смесью А) в течение 20—30 мин.

Спекшуюся массу с минимальным количеством окиси магния переносят в коническую колбу вместимостью 250—500 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> горячей воды и осторожно нагревают до кипения, периодически перемешивая. Затем приливают 1 см<sup>3</sup> раствора фтористого аммония (400 г/дм<sup>3</sup>) и, наклонив колбу, осторожно, по стенкам приливают 25 см<sup>3</sup> соляной кислоты. Накрывают колбу и после прекращения бурной реакции приливают 5 см<sup>3</sup> раствора двуххлористого олова Б и нагревают раствор до исчезновения тумано-окрашенных частиц.

Если раствор окрашен в желтый цвет, еще приливают по каплям раствор двуххлористого олова Б и 0,5 см<sup>3</sup> в избыток. Раствор нагревают до 80—90 °С и далее продолжают, как указано в п. 3.1.2.

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

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X_{Fe} = \frac{C(V_3 - V_1) \cdot 100}{m},$$

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

$V_3$  — 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 величины, указанной в таблице.

Массовая доля железа (общего), %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 10 до 20 включ.	0,25
Св. 20 > 50 >	0,4
≥ 50 > 72 >	0,5

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии  
СССР**

### ИСПОЛНИТЕЛИ

И. М. Кузьмин, Л. В. Камаева (руководитель темы), Н. А. Зобнина, Л. И. Бармина, 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 год.  
Периодичность проверки — 8 лет**

**4. ВЗАМЕН ГОСТ 18262.2-76.**

**5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Номер, значение ИТД, на который дана ссылка	Номер раздела, в котором дана ссылка	Номер, значение ИТД, из которого дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 83-79	2	ГОСТ 5712-78	2
ГОСТ 860-75	2	ГОСТ 6552-84	2
ГОСТ 3118-77	2	ГОСТ 6563-75	2
ГОСТ 3780-79	2	ГОСТ 7172-76	2
ГОСТ 4204-77	2	ГОСТ 9147-80	2
ГОСТ 1217-77	2	ГОСТ 10484-78	2
ГОСТ 4220-75	2	ГОСТ 10929-76	2
ГОСТ 4518-75	2	ГОСТ 18262.0-88	1
ГОСТ 4526-73	2	ГОСТ 20490-75	2
ГОСТ 5230-74	2	ГОСТ 22180-76	2