



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н И Й С Т А Н Д А Р Т
С О Ю З А С С Р

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ,
АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ
ПРЕДВАРИТЕЛЬНО ВОССТАНОВЛЕННЫЕ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО ЖЕЛЕЗА

ГОСТ 26482—90
(СТ СЭВ 4519—84)

Издание официальное

Б3 3-90/275

10 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО УПРАВЛЕНИЮ КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ

Москва

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ

И ОКАТЫШИ ПРЕДВАРИТЕЛЬНО
ВОССТАНОВЛЕННЫЕГОСТ
26482—90

Метод определения металлического железа

(СТ СЭВ
4519—84)Previously reduced iron ores, concentrates,
agglomerates and pellets.

Method for the determination of metallic iron

ОКСТУ 0709

Срок действия с 01.07.91

до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на восстановленные железные руды, концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает титриметрический метод определения металлического железа при массовой доле от 1 до 95 %.

Стандарт не распространяется на оффлюсованные материалы с массовой долей металлического железа менее 5 %.

Метод основан на селективном растворении металлического железа в растворе хлорного железа ($\text{pH}=1,0 \pm 0,05$) в присутствии хлористого калия и титровании двухвалентного железа раствором двухромовокислого калия в присутствии индикатора дифениламинсульфоната натрия или бария.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23581.0, кроме пп. 13 и 14.

1.2. Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности $P=0,95$) не превышает предела Δ при выполнении следующих условий:

расхождение между результатами двух (трех) параллельных определений (при доверительной вероятности $P=0,95$) не должно превышать значения $d_2(d_3)$;

воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли элемента не должно отличаться от аттестованного более чем на допустимое (при доверительной вероятности $P=0,85$) значение δ ;

расхождение между двумя результатами одной пробы, полученными в разных условиях (разными исполнителями, в разное время), не должно превышать значения d_k (при доверительной вероятности $P=0,95$).

При невыполнении одного из указанных условий проводят повторное определение. Если и при повторном определении требования к точности результатов анализа не выполняются, результаты признают неверными, измерения прекращают до выяснения и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

pH-метр.

Машина встряхивающая или магнитная мешалка.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Смесь серной и фосфорной кислот: 150 см³ серной кислоты вливают при перемешивании в 500 см³ воды, охлаждают, приливают 150 см³ фосфорной кислоты, доливают водой до 1 дм³ и перемешивают.

Железо карбонильное, ос. ч.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор 100 г/дм³.

Олово двуххлористое 2-водное, раствор 100 г/дм³, приготовленный следующим образом: 10 г двуххлористого олова растворяют в 10 см³ соляной кислоты при нагревании, разбавляют водой до 100 см³ и перемешивают.

Ртуть окись желтая по ГОСТ 5230 или ртуть окись красная, суспензия 20 г/дм³.

Ртуть хлорная, раствор концентрации 20 г/дм³, который можно приготовить также из окиси ртути следующим образом: 16 г окиси ртути перемешивают 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, разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают.

Железо треххлористое 6-водное (хлорное железо) по ГОСТ 4147, раствор, приготовленный следующим образом: 200 г хлористого калия растворяют в 600 см³ воды при нагревании. После охлаждения в полученном растворе растворяют 166 г треххлористого железа, разбавляют водой до 1 дм³, перемешивают и устанавливают pH раствора ($1,0 \pm 0,05$) на pH-метре, используя соляную кислоту, разбавленную 1:1, или раствор гидроокиси калия.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 30 г/дм³.
Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.

Если реагент, имеющий квалификацию «х. ч.» или «ч.д.а.», используется для приготовления стандартного раствора, его необходимо перекристаллизовать следующим образом: 100 г двухромовокислого калия растворяют в 150 см³ воды, нагревая до кипения. Горячий раствор быстро фильтруют через бумажный складчатый фильтр. Энергично размешивая, раствор выливают тонкой струйкой 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. Переクリсталлизацию реагента квалификации «ч. д. а.» повторяют.

Стандартные растворы двухромовокислого калия, приготовленные следующим образом: 4,9032 г (раствор А) или 1,2260 г (раствор Б) двухромовокислого калия, перекристаллизованного и высушенного при 180—200 °C до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в воде. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А соответствует 0,005585 г железа;

1 см³ раствора Б соответствует 0,001396 г железа.

Допускается использовать титрованные растворы двухромовокислого калия 4,9 и 1,2 г/дм³, массовую концентрацию которых устанавливают по карбонильному железу.

Навеску карбонильного железа массой 0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—500 см³, приливают 15—20 см³ соляной кислоты, 1—2 см³ раствора двуххлористого олова и растворяют при нагревании. Если после окончания растворения раствор бесцветный, приливают по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой желтой окраски. К горячему раствору по каплям при перемешивании прибавляют раствор двуххлористого олова до обесцвечивания и 1—2 капли в избыток. Стенки колбы обмывают водой, приливают 100—120 см³ воды, перемешивают и после охлаждения приливают 5 см³ раствора хлорной ртути или суспензии окиси ртути и перемешивают.

Через 5 мин приливают 20 см³ смеси кислот, 2 см³ раствора индикатора и титруют раствором А двухромовокислого калия до появления устойчивой темно-фиолетовой окраски.

Для установления массовой концентрации раствора Б двухромовокислого калия помещают 10 см³ стандартного раствора железа в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты, нагревают раствор до 80—90 °C, приливают по каплям при перемешивании раствор двуххлористого олова до обесцвечивания и 1—2 капли в избыток. Стенки колбы обмывают во-

дой, приливают 100—120 см³ воды и перемешивают. Раствор охлаждают, приливают 5 см³ раствора хлорной ртути или суспензии окиси ртути и перемешивают. Через 5 мин приливают 20 см³ смеси кислот, 2 см³ раствора индикатора и титруют раствором Б двухромовокислого калия до устойчивой темно-фиолетовой окраски.

Массовую концентрацию раствора двухромовокислого калия (*C*) в граммах железа на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V - V_1} ,$$

где *m* — масса железа в навеске карбонильного железа или в аликвоте стандартного раствора железа, г;

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

*V*₁ — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта см³.

Стандартный раствор железа: 1,0000 г карбонильного железа растворяют в 80 см³ соляной кислоты при нагревании, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ полученного раствора содержит 0,001 г железа.

Дифениламин-4-сульфокислоты натриевая соль (дифениламинсульфонат натрия) или дифениламин-4-сульфокислоты бариевая соль (дифениламинсульфонат бария), индикатор, раствор 2 г/дм³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску воздушно-сухой или высушенной 105—110 °С в установке под вакуумом пробы массой 0,5 г (при массовой доле металлического железа более 92 % масса навески не более 0,45 г) помещают в сухую коническую колбу вместимостью 250 или 500 см³, приливают 50 см³ раствора хлорного железа и перемешивают 30—60 мин на магнитной мешалке или на встряхивающей машине. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Затем раствор фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата. Отбирают аликвоту 50 см³ и помещают ее в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 300—350 см³ воды, 20 см³ смеси кислот, 2 см³ раствора индикатора и титруют соответствующим раствором двухромовокислого калия до устойчивой темно-фиолетовой окраски. При массовой доле металлического железа менее 5 % используют для титрования раствор двухромовокислого калия Б.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю металлического железа ($X_{Fe\text{мет}}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Fe\text{мет}} = \frac{C \cdot (V_2 - V_1) \cdot 100}{3 \cdot m} \cdot K,$$

где C — массовая концентрация раствора двухромовокислого калия по железу, $\text{г}/\text{см}^3$;

V_2 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора анализируемой пробы, см^3 ;

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

3 — коэффициент, учитывающий долю металлического железа в общем количестве железа, определенном при титровании;

m — масса навески воздушно-сухой пробы в объеме титруемого раствора, г ;

K — коэффициент пересчета содержания металлического железа на содержание его в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - X_{H_2O \text{ гигр}}},$$

где $X_{H_2O \text{ гигр}}$ — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1, %.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерений массовой доли металлического железа указаны в таблице.

| Массовая доля металлического железа | Δ | d_2 | d_3 | d_k | δ |
|-------------------------------------|----------|-------|-------|-------|----------|
| От 1 до 2 включ. | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,1 |
| Св. 2 » 5 » | 0,3 | 0,3 | 0,4 | 0,4 | 0,2 |
| » 5 » 10 » | 0,4 | 0,4 | 0,5 | 0,5 | 0,3 |
| » 10 » 20 » | 0,6 | 0,6 | 0,7 | 0,7 | 0,4 |
| » 20 » 50 » | 0,8 | 0,8 | 1,0 | 1,0 | 0,5 |
| » 50 » 95 » | 1,0 | 1,0 | 1,2 | 1,2 | 0,6 |

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством metallurgии СССР
РАЗРАБОТЧИКИ
И. М. Кузьмин, Л. В. Камаева (руководитель темы), Н. А. Зобнина, Н. Н. Шавкунова
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 26.03.90 № 551
3. Срок первой проверки — 1994 г.
Периодичность проверки — 5 лет
4. Стандарт соответствует СТ СЭВ 4519—84
5. Взамен ГОСТ 26482—85
6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела пункта |
|---|----------------------|
| ГОСТ 3118—77 | 2 |
| ГОСТ 4147—74 | 2 |
| ГОСТ 4204—77 | 2 |
| ГОСТ 4220—75 | 2 |
| ГОСТ 4234—77 | 2 |
| ГОСТ 5230—74 | 2 |
| ГОСТ 6532—80 | 2 |
| ГОСТ 20490—75 | 2 |
| ГОСТ 23581.0—80 | 1.1 |
| ГОСТ 23581.1—79 | 4.1 |
| ГОСТ 24363—80 | 2 |

Редактор *Н. Е. Шестакова*
 Технический редактор *Л. А. Кузнецова*
 Корректор *А. И. Зюбан*

Сдано в наб. 20 04 90 Подп в печ 23 05 90 0,5 усл. печ л. 0,5 усл. кр -отт. 0,39 уч -изд. л.
 Тираж 4000 Цена 10 к

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП
 Новопресненский пер. 3
 Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 665