УДК 622.346.1—15 : 546.722—31.06 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ХРОМОВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ

Метод определения оксида железа (II)

Chromium ores and concentrates
Method for determination of ferrous protoxide (II)

ГОСТ 15848.3—90

ОКСТУ 0741

Срок действия с 01.01.92
до 01.01.2002

Настоящий стандарт распространяется на хромовые руды и концентраты и устанавливает титриметрический метод определения массовой доли оксида железа (II) от 0,5 до 20 %.

Метод основан на разложении навески руды или концентрата в смеси серной и фосфорной кислот, к которой добавляют раствор ванадия (V). Железо (II) окисляют ванадием (V) до железа (III). Избыток ванадия (V) оттитровывают раствором соли Мора в присутствии индикатора-дифениламинсульфоната натрия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 15848.0.

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота серная по ГОСТ 4204 или ГОСТ 14262 и разбавленная (1 : 4).

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490 (перманганат калия), раствор с массовой концентрацией 3 г/дм³.

Дифениламин-4-сульфокислоты натриевая соль (дифениламинсульфонат натрия), раствор с массовой концентрацией 0,7 г/дм³.

Смесь серной и фосфорной кислот: 2 см³ серной кислоты смешивают со 100 см³ фосфорной кислоты, приливают 2,5 см³ раствора марганцовокислого калия и нагревают до выделения паров серной кислоты.

gost.e-ecolog.ru

Ванадия (V) оксид, ос. ч.

Раствор ванадия (V): 100 см³ смеси кислот наливают в стакан вместимостью 500 см³. Содержимое стакана нагревают и при перемешивании добавляют 7 г оксида ванадия (V). Нагревание продолжают до полного растворения оксида ванадия (V). Раствор охлаждают. В мерную колбу вместимостью 1000 см³ наливают 800—850 см³ воды, затем вливают полученный раствор, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220 (дихромат калия), х. ч. или ч. д. а, перекристаллизованный следующим образом: 100 г двухромовокислого калия растворяют в 100 см³ воды, нагревая до кипения. Для получения мелких кристаллов раствор тонкой струей при энергичном перемешивании выливают в фарфоровую чашку, охлаждаемую холодной водой. Выпавшие кристаллы отфильтровывают под вакуумом на воронке с пористой пластинкой, сушат 2—3 ч при 100—105 °С, растирают в порошок и окончательно высушивают при 180—200 °С в течение 10—12 ч.

Перекристаллизацию реактива квалификации ч. д. а. проводят дважды.

Стандартный раствор двухромовокислого калия с молярной концентрацией эквивалента $c(^1/_6K_2Cr_2O_7) = 0{,}05$ моль/дм³: 2,4515 г двухромовокислого калия помещают в стакан вместимостью 300—400 см³, приливают 150—200 см³ воды, нагревают до растворения соли и охлаждают. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,00359 г оксида железа (II).

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор с молярной концентрацией $c(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O = 0{,}05$ моль/дм³: 20 г соли растворяют в 200 см³ серной кислоты (1 : 4). Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Для установления массовой концентрации раствора соли Мора в коническую колбу вместимостью 250 см³ приливают 25 см³ раствора двухромовокислого калия, 10 см³ смеси кислот, доливают водой до 130—150 см³, приливают 2 см³ раствора индикатора дифениламинсульфоната натрия и титруют раствором соли Мора до перехода окраски раствора из фиолетовой в зеленую.

Массовую концентрацию раствора соли Мора (C) по оксиду железа (II) в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C = \frac{V \cdot 0{,}00359}{V_1},$$

где V — объем раствора двухромовокислого калия, взятый для титрования, см³;

0,00359 — масса оксида железа (II), которая соответствует 1 см³ раствора двухромовокислого калия, г;

V_1 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см³.

Для установления соотношения между растворами ванадия (V) и соли Мора в коническую колбу вместимостью 250 см³ приливают 30 см³ смеси кислот и 10 см³ отмеренного пипеткой или бюреткой раствора ванадия (V), перемешивают и нагревают до начала выделения паров серной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 100 см³ воды, 2 см³ раствора дифениламинсульфоната натрия и титруют раствором соли Мора с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ до перехода окраски раствора из фиолетовой в зеленую.

Коэффициент *(K)*, определяющий соотношение между объемами растворов ванадия (V) и соли Мора, вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_2}{V_3},$$

где V_2 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование ванадия (V), см³;

V_3 — объем раствора ванадия (V), взятый для титрования, см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В коническую колбу вместимостью 250 см³ приливают 30 см³ смеси кислот и 10 см³ отмеренного пипеткой или бюреткой раствора ванадия (V), перемешивают и нагревают до начала выделения паров серной кислоты.

В охлажденный раствор помещают 0,2 г хромовой руды или концентрата, колбу накрывают часовым стеклом и нагревают при 360—380 °С до полного разложения навески, периодически перемешивая содержимое колбы во избежание прилипания частиц к стенкам колбы. Раствор охлаждают, приливают 100 см³ воды, 2 см³ раствора дифениламинсульфоната натрия и титруют раствором соли Мора с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ до перехода окраски раствора из фиолетовой в зеленую.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X_{FeO} = \frac{(V_4 \cdot K \cdot V_1) \cdot C \cdot 100}{m},$$

где V_4 — объем раствора ванадия (V), взятый для анализа, см³;

K — коэффициент, определяющий соотношение между объемами растворов ванадия (V) и соли Мора;

V_5 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование раствора пробы, см^3;

C — массовая концентрация раствора соли Мора по оксиду железа (II), г/см^3;

m — масса навески высушенной руды или концентрата, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида железа (II) в процентах приведены в таблице.

Массовая доля оксида железа (II), %	Δ	Δ_R	d_1	d_2	δ
От 0,5 до 1	0,2	0,25	0,2	0,25	0,15
Св. 1 » 2	0,3	0,35	0,3	0,35	0,2
» 2 » 4	0,5	0,6	0,5	0,6	0,3
» 4 » 8	0,7	0,85	0,7	0,85	0,45
» 8 » 13	0,95	1,2	1,0	1,2	0,6
» 13 » 20	1,1	1,4	1,2	1,4	0,75

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН** Министерством Металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Н. И. Стенина (руководитель темы), **Г. В. Шибалко, Н. А. Забугорная**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 № 3671

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 15848.3—70**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4208—72	2
ГОСТ 4220—75	2
ГОСТ 6552—80	2
ГОСТ 14262—78	2
ГОСТ 15848.0—85	1
ГОСТ 20490—75	2

gost.e-ecolog.ru