УДК 622.346.1—15 : 546.72.06 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ХРОМОВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ

Методы определения железа общего

Chromium ores and concentrates.
Methods for determination of total iron

ГОСТ 15848.2—90
(ИСО 6130—85)

ОКСТУ 0741

Срок действия с 01.01.92
до 01.01.2002

Настоящий стандарт распространяется на хромовые руды и концентраты и устанавливает титриметрические (комплексонометрический и хроматометрический) методы определения общего железа при массовой доле от 5 до 30 %. Метод определения общего железа по международному стандарту ИСО 6130—85 указан в приложении.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 15848.0.

2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Метод основан на титровании трехвалентного железа раствором трилона Б (комплексона (III), ЭДТА) при pH 1,5—2,0 в присутствии сульфосалициловой кислоты в качестве индикатора.

2.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не ниже 800 °С.

Тигли или чашки платиновые по ГОСТ 6563.

Тигли или чашки стеклоуглеродные.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261 (кислота хлороводородная) и разбавленная 1 : 1, 1 : 9, 1 : 100.

gost.e-ecolog.ru

Изд

Кислота хлорная, плотностью 1,5 г/дм³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484 (кислота фтороводородная).

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1, 1:10.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773 (хлорид аммония), раствор с массовой концентрацией 30 г/дм³.

Натрий сернокислый пиро по ГОСТ 18344 (дисульфат натрия).

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Индикаторная бумага универсальная.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478 и раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³.

Железо карбонильное, ос. ч.

Стандартный раствор железа: 1 г карбонильного железа растворяют в 100 см³ соляной кислоты (1:1) при слабом нагревании. После полного растворения навески пробы для окисления железа (II) до железа (III) приливают по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,001 г железа.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652 (ЭДТА, комплексон (III)), раствор с молярной концентрацией 0,05 моль /дм³: 18,6 г трилона Б помещают в стакан вместимостью 400—500 см³, приливают 250—300 см³ воды и растворяют при нагревании до 50—60°С. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности, доливают до 1 дм³ водой и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают по стандартному раствору железа. Аликвотную часть стандартного раствора железа 25 или 50 см³ помещают в стакан вместимостью 400—500 см³ и далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.4.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (*C*) по железу в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C = \frac{V \cdot 0{,}001}{V_1},$$

где V — объем стандартного раствора железа, взятый для титрования, см³;

0,001 — массовая концентрация стандартного раствора железа, г/см³;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование стандартного раствора железа, с учетом величины контрольного опыта, см³.

Массовую концентрацию раствора трилона Б допускается устанавливать по стандартному образцу хромовой руды или концентрата, проведенному через ход анализа, как указано в п. 2.3. В этом случае массовую концентрацию раствора трилона Б (C) по железу в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C = \frac{A \, m_1}{V_2 \cdot 100},$$

где A — массовая доля общего железа в стандартном образце, %;

m_1 — масса навески высушенного стандартного образца, г;

V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование раствора стандартного образца, с учетом значения контрольного опыта, см³.

2.3. **Проведение анализа**

2.3.1. Навеску руды или концентрата массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 400—500 см³, смачивают водой, приливают 5 см³ азотной, 10 см³ серной и 25 см³ хлорной кислот, стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до начала выделения паров хлорной и серной кислоты, после чего нагревание продолжают еще 10—15 мин.

Содержимое стакана охлаждают, часовое стекло и стенки стакана обмывают водой и вновь нагревают, как указано ранее. Эту операцию повторяют до полного разложения навески. Содержимое стакана охлаждают, приливают 100—150 см³ воды и нагревают до растворения солей.

2.3.2. Если проба содержит неразлагаемые кислотами соединения железа, нерастворимый остаток отфильтровывают на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы. Осадок промывают 10—12 раз горячей соляной кислотой (1 : 100) и 2—3 раза горячей водой. Фильтрат и промывные воды собирают в стакан вместимостью 400—500 см³ и сохраняют (основной раствор). Фильтр с осадком помещают в стеклоуглеродную или платиновую чашку (или тигель), высушивают, озоляют и прокаливают при 500—600 °С. Осадок смачивают водой, приливают 4—5 капель серной кислоты (1 : 1), 5 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Остаток сплавляют с 1—2 г дисульфата натрия при 700—750 °С. Плав выщелачивают при нагревании в 20—30 см³ соляной кислоты (1 : 9), раствор присоединяют к основному раствору.

2.3.3. Раствор, полученный по п. 2.3.1 или 2.3.2, охлаждают.

Приливают раствор аммиака до появления осадка гидроксидов и 5 см³ в избыток, 1 см³ пероксида водорода и перемешивают. Содержимое стакана нагревают до кипения под стеклом, выдерживают на теплой плите в течение 2—3 мин и осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности. Стакан и осадок на фильтре промывают 8—10 раз горячим раствором хлористого аммония.

Осадок смывают с фильтра струей воды в стакан, в котором проводилось осаждение, фильтр промывают 30—35 см³ горячей соляной кислоты (1 : 9) и 5—6 раз горячей водой, собирая промывную жидкость в тот же стакан. Содержимое стакана нагревают до растворения гидроксидов.

2.3.4. Раствор доливают водой до 200 см³, приливают 1 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и раствор аммиака (1 : 1) до появления слабой красно-фиолетовой окраски. Нейтрализацию заканчивают, приливая по каплям раствор аммиака (1 : 10) до получения pH 1,5—2 (контроль по универсальной индикаторной бумаге).

Раствор нагревают до 50—60 °С и титруют раствором трилона Б до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в лимонно-желтую. В конце титрования раствор трилона Б приливают медленно, ожидая 15 с после добавления каждой капли.

2.4. **Обработка результатов**

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

$$X_{Fe} = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m},$$

где C — массовая концентрация раствора трилона Б по железу, г/см³;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, с учетом величины контрольного опыта, см³;

m — масса навески высушенной пробы, г.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли общего железа в процентах приведены в табл. 1.

Массовая доля железа общего, %	Δ	d_R	d_2	d_1	δ
От 5 до 10	0,2	0,2	0,2	0,2	0,1
Св. 10 » 20	0,3	0,3	0,3	0,4	0,2
» 20 » 30	0,4	0,5	0,4	0,5	0,3

3. ХРОМАТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Метод основан на восстановлении трехвалентного железа раствором двухлористого олова до двухвалентного и титровании последнего раствором двухромовокислого калия в присутствии индикатора дифениламинсульфоната натрия. Допускается потенциометрическая индикация конечной точки титрования.

3.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не ниже 800 °С.

Установка потенциометрическая с парами электродов платина-хлорид-серебряный, платина-вольфрам или другими, обеспечивающими четкое фиксирование конечной точки титрования.

Тигли или чашки платиновые по ГОСТ 6563.

Тигли или чашки стеклоуглеродные.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125.

Кислота серная по ГОСТ 4204 или ГОСТ 14262, разбавленная 1 : 1, 1 : 9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261 (кислота хлороводородная) и разбавленная 1 : 1, 1 : 9, 1 : 100.

Кислота хлорная, плотностью 1,5 г/см^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484 (кислота фтороводородная).

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Смесь кислот: 150 см^3 серной кислоты и 150 см^3 ортофосфорной кислоты осторожно при перемешивании вливают в 500 см^3 воды, охлаждают, доливают водой до 1 дм^3 и перемешивают.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1 : 1, 1 : 10.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773 (хлорид аммония), раствор с массовой концентрацией 30 г/дм^3.

Натрий сернокислый пиро по ГОСТ 18344 (дисульфат натрия).

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Олово двухлористое 2-водное (хлорид олова (II)).

Раствор с массовой концентрацией 100 г/дм^3: 100 г двухлористого олова растворяют при нагревании в 300 см^3 соляной кислоты, раствор охлаждают, доливают водой до 1 дм^3 и перемешивают.

Ртуть хлорная (хлорид ртути (II)), раствор с массовой концентрацией 50 г/дм^3.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490 (перманганат калия), раствор с массовой концентрацией 30 г/дм^3.

Железо карбонильное, ос. ч.

Стандартный раствор железа: 1 г железа карбонильного растворяют в 100 см^3 соляной кислоты (1 : 1) при слабом нагревании. После полного растворения навески раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора соответствует 0,001 г железа.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220 (дихромат калия), х. ч. или ч. д. а, перекристаллизованный.

Для перекристаллизации 100 г двухромовокислого калия растворяют в 100 см^3 воды, нагревая до кипения. Энергично размешивая, раствор выливают тонкой струей в фарфоровую чашку для получения мелких кристаллов. Чашку с раствором охлаждают холодной водой и выпавшие кристаллы отфильтровывают под вакуумом на воронке с пористой стеклянной пластинкой, сушат 2—3 ч

при 100—105 °С, растирают в порошок и окончательно высушивают при 180—200 °С до постоянной массы 10—12 ч. Реактив квалификации ч. д. а перекристаллизовывают дважды.

Стандартный раствор двухромовокислого калия с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³: 2,9418 г соли помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют в 100 см³ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,003351 г железа.

Допускается применять титрованный раствор двухромовокислого калия (3,0 г/дм³), массовую концентрацию которого устанавливают по стандартному раствору железа или по стандартному образцу, проведенному через ход анализа.

Для установления массовой концентрации раствора двухромовокислого калия (*C*) по стандартному раствору железа аликвоту стандартного раствора железа 25—50 см³ помещают в коническую колбу вместимостью 250—500 см³, приливают 15 см³ соляной кислоты, выпаривают при необходимости до 30—40 см³ и проводят восстановление и титрование по п. 3.3.1. Контрольный опыт при визуальной индикации конечной точки титрования проводят по п. 3.3.2.

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

$$C = \frac{V \cdot 0{,}001}{V_1},$$

где V — объем стандартного раствора железа, взятый для титрования, см³;

0,001 — массовая концентрация стандартного раствора железа, г/см³;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование стандартного раствора железа, с учетом величины контрольного опыта, см³.

Для установления массовой концентрации раствора двухромовокислого калия по стандартному образцу навеску стандартного образца проводят через весь ход анализа по п. 3.2.

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

$$C = \frac{A \cdot m}{V_2 \cdot 100},$$

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

m — масса навески высушенного стандартного образца, г;

V_2 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора стандартного образца с учетом значения контрольного опыта, см³.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208 (сульфат диаммония — железа (II), раствор с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³: 40 г соли растворяют в 100 см³ серной кислоты (1:9) и доливают этой же кислотой до 1 дм³.

Соотношение между объемами растворов соли Мора и двухромовокислого калия определяют следующим образом: аликвотную часть раствора соли Мора 20 см³ помещают в стакан (колбу) вместимостью 250—500 см³, приливают 15 см³ соляной кислоты и проводят анализ в соответствии с п. 3.3.1.

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

$$K = \frac{V_3}{20},$$

где V_3 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора соли Мора, см³.

Дифениламин-4-сульфокислоты натриевая (бариевая) соль дифенил-аминсульфонат натрия или бария (индикатор), раствор с массовой концентрацией 2 г/дм³: 0,2 г индикатора растворяют в 100 см³ воды.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 0,2 г проводят через все стадии анализа по пп. 2.3.1—2.3.3 и далее к подготовленному раствору приливают 15 см³ соляной кислоты, раствор выпаривают до объема 30—40 см³, стенки стакана обмывают соляной кислотой (1:100). В растворе, нагретом до 80—90 °С, восстанавливают трехвалентное железо, приливая по каплям при перемешивании раствор двухлористого олова до обесцвечивания раствора и 1 каплю в избыток. Раствор доливают водой до 100 см³, охлаждают, приливают 5 см³ раствора хлорной ртути, перемешивают и оставляют на 2—3 мин до образования небольшого белого осадка. Приливают 40 см³ смеси кислот, 1 см³ раствора дифениламинсульфоната натрия и титруют раствором двухромовокислого калия до перехода зеленой окраски раствора в фиолетовую.

Допускается потенциометрическая индикация конечной точки титрования (к. т. т.) с парами электродов: платина-хлорид-серебряный или платина-вольфрам и другие. Титрование ведут до максимального скачка потенциала.

3.3.2. Контрольный опыт

Для внесения поправки на массу железа в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт. При визуальной ин-

дикации конечной точки титрования (к. т. т.) перед восстановлением железа (III) раствором двухлористого олова к раствору контрольного опыта приливают 1 см³ раствора соли Мора. Объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта (V_0), в кубических сантиметрах вычисляют по формуле

$$V_0 = V_1 \cdot K \cdot V_3,$$

где V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта в присутствии 1 см³ раствора соли Мора, см³;

K — коэффициент, определяющий соотношение между растворами соли Мора и двухромовокислого калия (см. п. 3.2);

V_3 — объем раствора соли Мора, добавленный в раствор контрольного опыта, равный 1 см³.

Примечание. Путем прямого титрования раствора контрольного опыта при визуальной индикации нельзя получить истинное значение поправки на индикатор, так как в отсутствии железа двухромовокислый калий медленно окисляет дифениламинсульфонат натрия. Введенное железо индуцирует реакцию и позволяет более правильно оценить значение контрольного опыта.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_{Fe} = \frac{C \cdot V \cdot 100}{m},$$

где C — массовая концентрация двухромовокислого калия по железу, г/см³;

V — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование с учетом значения контрольного опыта, см³;

m — масса навески высушенной пробы, г.

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли общего железа в процентах приведены в табл. 1.

ПРИЛОЖЕНИЕ

РУДЫ ХРОМОВЫЕ

Определение содержания общего железа титриметрическим методом (ИСО 6130—85)

1. Назначение и область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает бихроматный метод определения содержания общего железа от 0,5 до 32%.

Стандарт применяется совместно с ИСО 6629.

2. Ссылки

ГОСТ 15848.21 (ИСО 6129). Руды хромовые. Определение содержания гигроскопической влаги. Гравиметрический метод

ГОСТ 15848.0 (ИСО 6629). Руды хромовые и концентраты. Методы химического анализа. Общие указания

3. Сущность метода

Разложение навески пробы обработкой азотной, серной и хлорной кислотами или сплавлением с пероксидом натрия с последующим выщелачиванием плава водой. Осаждение гидроксида железа (III) раствором аммиака, отделение осадка и растворение его в соляной кислоте. Выпаривание раствора, восстановление железа (III) раствором двухлористого олова. Окисление избытка двухлористого олова раствором хлорной ртути. Титрование железа (II) раствором двухромовокислого калия в присутствии дифениламинсульфоната натрия в качестве индикатора.

4. Реактивы

4.1. Кислота азотная, ρ 1,40 г/см³.

4.2. Кислота серная, ρ 1,84 г/см³.

4.3. Кислота серная, ρ 1,84 г/см³, разбавленная 1 : 20.

4.4. Кислота хлорная, ρ 1,50 г/см³.

Меры предосторожности. Во избежание отравления следует избегать вдыхания и попадания на кожу, глаза и одежду. Если по ходу реакции выделяются пары по стенкам колбы, манипуляции необходимо производить в отдалении от открытого пламени и т. д.

4.5. Кислота соляная, ρ 1,19 г/см³, разбавленная 1 : 2.

4.6. Кислота соляная, ρ 1,19 г/см³, разбавленная 1 9

4.7. Кислота соляная, ρ 1,19 г/см³, разбавленная 1 : 100.

4.8. Кислота фтористоводородная, ρ 1,14 г/см³.

Меры предосторожности. Очень токсична при вдыхании и попадании на кожу. Причиняет серьезные ожоги.

Хранить сосуд тщательно закрытым в хорошо вентилируемом помещении. При попадании в глаза сразу промыть водой и обратиться за медицинской помощью.

Одевать соответствующую защитную одежду и перчатки. При несчастном случае или плохом самочувствии немедленно обращаться за медицинской помощью.

4.9. Натрий углекислый, безводный.

4.10. Аммиак водный, ρ 0,91 г/см³.

4.11. Натрий пероксид.

4.12. Аммоний хлористый, раствор 300 г/дм³.

4.13. Олово (II) двухлористое, 2-водное, раствор 100 г/дм³ в соляной кислоте.

10 г двухлористого олова (II) ($SnCl_2 \cdot 2H_2O$) растворяют при нагревании в 30 см³ соляной кислоты (ρ 1,19 г/см³), раствор охлаждают, разбавляют водой до 100 см³ и перемешивают.

4.14. Ртуть (II) хлорная, раствор 50 г/дм³.

4.15. Смесь серной и фосфорной кислот. 150 см³ серной кислоты (п. 4.2) и 150 см³ фосфорной кислоты (ρ 1,70 г/см³) осторожно при помешивании вливают в 500 см³ воды, охлаждают, разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают.

4.16. Водорода пероксид, раствор 30 г/дм³.

4.17. Калий двухромовокислый, раствор с концентрацией $c(K_2Cr_2O_7) = 0{,}01$ моль/дм³.

2,942 г двухромовокислого калия (дважды перекристаллизованного и высушенного до постоянной массы при 140—160 °С) помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в 150—200 см³ воды, разбавляют водой до метки и перемешивают.

4.18. Аммоний — железо (II) сернокислый, 6-водный с концентрацией ~ 0,01 моль/дм³.

4 г $[(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O]$ растворяют в 50 см³ серной кислоты (п. 4.3), переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки этой же кислотой и перемешивают.

Титруют раствором двухромовокислого калия (п. 4.17) в присутствии дифениламинсульфоната в качестве индикатора.

4.19. Индикатор дифениламинсульфонат натрия ($C_{12}H_{10}O_3NSNa$), раствор 2 г/дм³.

4.20. Индикатор дифениламинсульфонат бария $[(C_{12}H_{10}O_3NS)_2Ba]$ раствор 10 г/дм³ в серной кислоте (п. 4.2).

5. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и платиновые тигли.

6. Отбор и подготовка проб

Отбор проб хромовой руды производят в соответствии с ГОСТ 16598 (ИСО 6163 и ИСО 6154).

7. Выполнение определения

7.1. Масса навески пробы в зависимости от ожидаемого содержания общего железа указана в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля общего железа, % (*m/m*)	Масса навески, г	Объем хлорной кислоты, см³
>5	0,2	30
<5	0,5	50

7.2. Контрольный опыт

Через все стадии анализа проводят контрольный опыт на содержание железа в реактивах. Непосредственно перед восстановлением железа (п. 7.4) к раствору контрольного опыта приливают 1 см³ раствора сернокислого аммония — железа (II) (п. 4.18)

7.3. Разложение навески

7.3.1. Кислотное разложение навески

Навеску руды (п 7.1) помещают в стакан вместимостью 400—500 см³, смачивают водой, приливают 5 см³ азотной кислоты (п. 4.1), 20 см³ серной кислоты (п. 4.2) и хлорную кислоту (п. 4.4), как указано в табл. 1.

Стакан накрывают часовым стеклом, нагревают до начала выделения паров серной и хлорной кислот и еще 10—15 мин. Содержимое стакана охлаждают и промывают часовое стекло и стенки стакана 15—20 см³ воды, нагревают до выделения паров кислот. Охлаждение и разбавление раствора повторяют до полного разложения навески.

Содержимое стакана охлаждают, приливают 80—100 см³ воды, нагревают до растворения солей. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы, осадок промывают 12- 15 раз горячей соляной кислотой (п. 4.7) и 2—3 раза горячей водой. Фильтрат и промывную жидкость собирают в стакан вместимостью 400 см³ и сохраняют (основной раствор).

Фильтр с осадком кремниевой кислоты помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 800—900 °С. Осадок смачивают водой, прибавляют 4—5 капель азотной кислоты (п. 4.1), 2—3 см³ фтористоводородной кислоты (п. 4.8), выпаривают содержимое тигля досуха и прокаливают при 800—900 °С.

Тигель охлаждают и остаток сплавляют с 1—2 г углекислого натрия (п. 4.9) при температуре 1000—1100 °С. Охлаждают тигель и плав выщелачивают при нагревании в 20—30 см³ соляной кислоты (п. 4.6), раствор присоединяют к основному раствору и охлаждают. Приливают раствор аммиака (п. 4.10) до появления осадка гидроксидов и еще 5 см³ в избыток; приливают 1 см³ пероксида водорода (п. 4.16), перемешивают и далее анализ ведут, как указано в п. 7.4.

7.3.2. Разложение навески пробы сплавлением с пероксидом натрия

Меры предосторожности. В процессе работы с пероксидом натрия (перед сплавлением и до конца растворения) необходимо носить защитные очки.

5 г пероксида натрия (п. 4.11) помещают в небольшой корундовый тигель, смешивают с 0,5 г руды и сверху насыпают 1—2 г пероксида натрия. Нагревают при 500—600 °С до полного расплавления, а затем нагревают примерно при температуре 700 °С в течение 5 мин до получения однородного расплава.

Тигель охлаждают, помещают в стакан вместимостью 600 см³ и приливают 300 см³ теплой воды. После прекращения бурной реакции прибавляют 20 см³ раствора хлористого аммония (п. 4.12) и кипятят 5 мин.

Вынимают тигель, ополаскивают его горячей водой. Дают осадку несколько минут отстояться и отфильтровывают его на двойной фильтр средней плотности. Стакан и осадок на фильтре промывают 3—4 раза горячей водой. Переносят осадок струей горячей соляной кислоты (п. 4.6) в стакан, в котором проводилось выщелачивание.

Промывают фильтр 6—8 раз горячей соляной кислотой (п. 4.6), собирая промывную жидкость в тот же стакан.

Промывают тигель горячей соляной кислотой (п. 4.5) до удаления всех частиц плава, а затем промывают 5—6 раз горячей соляной кислотой (п. 4.6), собирая промывную жидкость в стакан, в котором проводилось выщелачивание.

Нагревают раствор до полного растворения осадка. Разбавляют водой до объема 350- 400 см³, приливают 1 см³ пероксида водорода (п. 4.16) и перемешивают. Прибавляют раствор аммиака (п. 4.10) до появления осадка гидроксида железа и еще 5 см³ в избыток.

7.4. Восстановление и титрование

Содержимое стакана нагревают до кипения, дают осадку коагулироваться 2—3 мин и отфильтровывают его на фильтр средней плотности. Стакан и осадок на фильтре промывают 5—6 раз горячим раствором хлорида аммония (п. 4.12).

Осадок смывают струей воды в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр промывают горячей соляной кислотой (п. 4.6) и 5—6 раз горячей водой, собирая промывную жидкость в тот же стакан. Содержимое стакана нагревают до растворения гидроксидов железа (III).

Раствор выпаривают до объема в 30—40 см³, промывают стенки стакана и часовое стекло соляной кислотой (п. 4.7) и восстанавливают железо при нагревании раствором двухлористого олова (II) (п. 4.13), приливая его по каплям при постоянном перемешивании, затем приливают 1 каплю в избыток (раствор при этом должен обесцветиться или будет иметь слегка зеленоватый оттенок).

Раствор разбавляют водой до 100 см³, охлаждают, приливают 5 см³ раствора хлорной ртути (II) (п. 4.14), перемешивают и оставляют на 2—8 мин до образования белого осадка. Приливают 40 см³ смеси кислот (п. 4.15), 1 см³ индикатора дифениламинсульфоната натрия (п. 4.19) или 3 капли индикатора дифениламинсульфоната бария (п. 4.20) и титруют раствором двухромовокислого калия (п. 4.17) до перехода зеленой окраски раствора в зеленовато-голубую, а затем в устойчивую фиолетовую.

8. Выражение результатов

8.1. Расчет

Массовую долю *общего железа*, (W_{Fe}) в процентах вычисляют по формуле

$$W_{Fe} = \frac{(V_1 - V_0) \cdot 0{,}003351}{m} \cdot 100 \cdot K,$$

где V_0 — количество раствора двухромовокислого калия (п. 4.17), израсходованное на титрование контрольного опыта, за вычетом теоретического количества раствора двухромовокислого калия, израсходованного на взаимодействие с добавленным железом (II), см³;

V_1 — количество раствора двухромовокислого калия (п. 4.17), израсходованное на титрование анализируемого раствора, см³;

m — масса навески пробы, г;

K — коэффициент пересчета железа на содержание в сухом материале.

8.2. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля общего железа W_{Fe}, % (m/m)	Допускаемые расхождения, (абс.)
От 0,5 до 1,0	0,10
Св. 1,0 » 2,0	0,14
» 2,0 » 4,0	0,20
» 4,0 » 8,0	0,25
» 8,0 » 16,0	0,30
» 16,0 » 32,0	0,40

8.3. Пересчет на FeO

$$W_{FeO} = 1{,}2865\ W_{Fe}\ (\%)$$

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**
Приложение «Руды хромовые. Определение общего железа титриметрическим методом» настоящего стандарта подготовлено на основе прямого применения международного стандарта ИСО 6130—85

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 15848.2—70**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 3118—77	2.2; 3.2
ГОСТ 3760—79	2.2; 3.2
ГОСТ 3773—72	2.2; 3.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4208—72	3.2
ГОСТ 4220—75	3.2
ГОСТ 4461—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4478—78	2.2
ГОСТ 6552—80	3.2
ГОСТ 6563—75	3.2
ГОСТ 10484—78	3.2
ГОСТ 10652—73	2.2
ГОСТ 10929—76	2.2; 3.2
ГОСТ 11125—84	2.2; 3.2
ГОСТ 14261—77	2.2; 3.2
ГОСТ 14262—78	2.2; 3.2
ГОСТ 15848.0—90	1; приложение
ГОСТ 16598—80	Приложение
ГОСТ 18344—78	2.2; 3.2
ГОСТ 20490—75	3.2
ИСО 6129—81	Приложение
[illegible]	То же
ИСО 6629—81	»

gost.e-ecolog.ru