УДК 622.349.42 : 543.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ТИТАНОМАГНЕТИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ

Метод определения железа

ГОСТ 18262.2—88

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

ОКСТУ 0720

Срок действия с 01.01.90
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 двухлористого олова в слабосолянокислой среде ($\sim$1,7 моль/дм^3) 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 °С.

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.

gost.e-ecolog.ru

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

Мука пшеничная, высушенная при 105—110 °С.

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 °С, 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 азотнокислым 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/дм³ и 100 г/дм³ (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/дм³. Допускается готовить раствор следующим образом: 0,1 г индикатора растворяют в 400 см³, приливают 100 см³ фосфорной кислоты и тщательно перемешивают.

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

Ртути окись желтая по ГОСТ 5230 или ртути окись красная, суспензия массовой концентрации 20 г/дм³.

Ртуть хлорная, раствор массовой концентрации 20 г/дм³, который можно приготовить также из окиси следующим образом: 10 г окиси ртути растирают 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, раствор фильтруют, разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают.

Олово двухлористое 2-водное по нормативно-технической документации и растворы массовой концентрации 1000 и 100 г/дм³, приготовленные следующим образом.

Раствор А, 1000 г/дм³: 1000 г двухлористого олова растворяют при нагревании и перемешивании в 500 см³ соляной кислоты, разбавляют этой же кислотой до 1 дм³, прибавляют несколько гранул или кусочков (5—10 г) металлического олова, перемешивают и хранят раствор в склянке с пробкой.

Раствор Б, 100 г/дм³: 100 см³ раствора А разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают или 10 г двухлористого олова растворяют

в 10 см³ соляной кислоты при нагревании, разбавляют водой до 100 см³ 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 см³ 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 °С, растирают в порошок и окончательно высушивают при 180—200 °С 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 высушенного при 180—200 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 500 см³ и растворяют в 300 см³ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³; доливают водой до метки и перемешивают

1 см³ раствора А соответствует 0,005 г железа,

1 см³ 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 дм³ воды, перемешивают и устанавливают массовую концентрацию полученных растворов либо по стандартному образцу, проведенному через стадии анализа, либо по карбонильному железу.

Массовую концентрацию (C) раствора двухромовокислого калия по карбонильному железу устанавливают следующим образом: навеску карбонильного железа массой 0,1—0,3 г помещают в колбу вместимостью 250—500 см³, смачивают водой, приливают 20 см³ соляной кислоты, прибавляют 0,2—0,5 г или 0,2—0,5 см³ раствора двухлористого олова А и нагревают до растворения, не допуская кипения. Затем продолжают определение по п. 3.1.2.

Массовую концентрацию (C) 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, см³;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

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

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

$$C = \frac{A \cdot m}{100(V_2 - V_1)},$$

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

m — масса навески высушенной пробы стандартного образца, г;

V_2 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора стандартного образца, см³;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Кислотное разложение

3.1.1. Навеску массой 0,25—0,50 г помещают в колбу вместимостью 250—500 см³, смачивают водой, приливают 20 см³ соляной кислоты, 1 см³ раствора фтористого аммония 400 г/дм³ или 5—10 капель фтористоводородной кислоты. Для ускорения растворения прибавляют 0,1—0,3 г кристаллического двухлористого олова или 0,1—0,3 см³ 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 см³ 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 стенки колбы обмывают водой, приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, и перемешивают. Раствор охлаждают, приливают 5 см³ 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 ртутью, анализ следует повторить.

Через 5 мин приливают 10 см³ дифениламинсульфоната натрия, 10 см³ раствора фтористого аммония массовой концентрации 100 г/дм³ и сразу титруют раствором двухромовокислого калия соответствующей концентрации до получения устойчивой темно-фиолетовой окраски.

3.1.3. Если навеска полностью не растворяется (в случае труднорастворимых 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 см³, 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—500 см³ и сохраняют в качестве основного раствора.

Фильтр с остатком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают до полного выгорания углеродистых частиц фильтра. Остаток в тигле смачивают несколькими каплями серной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 5—6 см³ 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 см³ и выщелачивают плав в 25—30 см³ 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 см³ и нагревают до кипения. К горячему раствору прибавляют аммиак до начала выпадения гидроокисей и 2—3 см³ 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 запаха. Фильтрат отбрасывают. Осадок на фильтре растворяют 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:2, приливая ее небольшими порциями. Фильтр промывают 4—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. 3.2.2.

3.2. Разложение спеканием

3.2.1. 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 заворачивают в конденсаторную или пищевую 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 $^3/_4$ объема окисью магния, и осторожно озоляют при 500—600 °С, затем прокаливают 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 см³, приливают 10 см³ горячей воды и осторожно нагревают до кипения, периодически перемешивая. Затем приливают 1 см³ раствора фтористого аммония (400 г/дм³) и, наклонив колбу, осторожно, по стенкам приливают 25 см³ соляной кислоты. Накрывают колбу и после прекращения бурной реакции приливают 5 см³ раствора двухлористого олова Б и нагревают раствор до исчезновения темно-окрашенных частиц.

Если раствор окрашен в желтый цвет, еще приливают по каплям раствор двухлористого олова Б и 0,5 см³ 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 реактивах 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/см³;

V_3 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

m — масса навески высушенной 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

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 83 - 79	2	ГОСТ 5712—78	2
ГОСТ 860- 75	2	ГОСТ 6552--80	2
ГОСТ 3118- 77	2	ГОСТ 6563—75	2
ГОСТ 3760—79	2	ГОСТ 7172—76	2
ГОСТ 4204 77	2	ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 4217- 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 -75	2	ГОСТ 20490- -75	2
ГОСТ 5230- 74	2	ГОСТ 22180 76	2

gost.e-ecolog.ru