ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ ПРЕДВАРИТЕЛЬНО ВОССТАНОВЛЕННЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО ЖЕЛЕЗА

ГОСТ 26482—90
(СТ СЭВ 4519—84)

Издание официальное

10 коп. БЗ 3—90/275

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО УПРАВЛЕНИЮ КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.341.001.4:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ ПРЕДВАРИТЕЛЬНО ВОССТАНОВЛЕННЫЕ

Метод определения металлического железа

Previously reduced iron ores, concentrates, agglomerates and pellets. Method for the determination of metallic iron

ГОСТ 26482—90

(СТ СЭВ 4519—84)

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 офлюсованные материалы с массовой долей металлического железа менее 5 %.

Метод основан на селективном растворении металлического железа в растворе хлорного железа (pH=1,0±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;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1990

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 см^3 серной кислоты вливают при перемешивании в 500 см^3 воды, охлаждают, приливают 150 см^3 фосфорной кислоты, доливают водой до 1 дм^3 и перемешивают.

Железо карбонильное, ос. ч.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор 100 г/дм^3.

Олово двухлористое 2-водное, раствор 100 г/дм^3, приготовленный следующим образом: 10 г двухлористого олова растворяют в 10 см^3 соляной кислоты при нагревании, разбавляют водой до 100 см^3 и перемешивают.

Ртути окись желтая по ГОСТ 5230 или ртути окись красная, суспензия 20 г/дм^3.

Ртуть хлорная, раствор концентрации 20 г/дм^3, 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 см^3 соляной кислоты при перемешивании. Затем приливают 200 см^3 воды, охлаждают, приливают 50 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, разбавляют водой до 1 дм^3 и перемешивают.

Железо треххлористое 6-водное (хлорное железо) по ГОСТ 4147, раствор, приготовленный следующим образом: 200 г хлористого калия растворяют в 600 см^3 воды при нагревании. После охлаждения в полученном растворе растворяют 166 г треххлористого железа, разбавляют водой до 1 дм^3, перемешивают и устанавливают pH раствора ($1,0\pm0,05$) на pH-метре, используя соляную кислоту, разбавленную 1:1, или раствор гидроокиси калия.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 30 г/дм^3.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.

Если реактив, 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 см^3 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 °С, растирают в порошок и окончательно высушивают при 180—200 °С в течение 10—12 ч. Перекристаллизацию реактива 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 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют в воде. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А соответствует 0,005585 г железа;

1 см^3 раствора Б соответствует 0,001396 г железа.

Допускается использовать титрованные растворы двухромовокислого калия 4,9 и 1,2 г/дм^3, массовую концентрацию которых устанавливают по карбонильному железу.

Навеску карбонильного железа массой 0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—500 см^3, приливают 15—20 см^3 соляной кислоты, 1—2 см^3 раствора двухлористого 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 двухлористого олова до обесцвечивания и 1—2 капли в избыток. Стенки колбы обмывают водой, приливают 100—120 см^3 воды, перемешивают и после охлаждения приливают 5 см^3 раствора хлорной ртути или суспензии окиси ртути и перемешивают.

Через 5 мин приливают 20 см^3 смеси кислот, 2 см^3 раствора индикатора и титруют раствором А двухромовокислого калия до появления устойчивой темно-фиолетовой окраски.

Для установления массовой концентрации раствора Б двухромовокислого калия помещают 10 см^3 стандартного раствора железа в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, нагревают раствор до 80—90 °С, приливают по каплям при перемешивании раствор двухлористого 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 ($X_{Feмет}$) в процентах вычисляют по формуле

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

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

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

где $X_{H_2O\,гигр}$ — 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 металлургии 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.

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

gost.e-ecolog.ru