УДК 622.349.42 : 543.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ТИТАНОМАГНЕТИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ

Метод определения железа металлического

ГОСТ 18262.4—88

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

ОКСТУ 0720

Срок действия с 01.01.90
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на титаномагнетитовые руды, концентраты, агломераты и окатыши железованадиевые и устанавливает титриметрический метод определения железа металлического при массовой доле от 0,5 до 5,0 %.

Метод основан на селективном растворении железа металлического в растворе хлорного железа (pH=1,00±0,05) в присутствии хлористого калия и титровании двухвалентного железа, эквивалентного массовой доле металлического железа, бихроматом калия в присутствии индикатора дифениламинсульфоната натрия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 18262.0

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Встряхивающая машина.

pH-метр.

Калий хлористый по ГОСТ 4234

Железо карбонильное, ос. ч

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 и 1:4.

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.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Железо треххлористое 6-водное по ГОСТ 4147, раствор массовой концентрации ~160 г/дм³, готовят следующим образом: 160 г хлорного железа растворяют в 700 см³ воды, после охлаждения разбавляют водой до 1 дм³ и фильтруют через фильтр средней плотности. Устанавливают pH = 1,00±0,05 на pH-метре, используя раствор соляной кислоты, разбавленной 1:1.

Олово двухлористое 2-водное раствор массовой концентрации 100 г/дм³: 10 г двухлористого олова растворяют в 10 см³ соляной кислоты при нагревании, разбавляют водой до 100 см³ и перемешивают.

Дифениламин-4-сульфокислоты натриевая соль (дифениламинсульфонат натрия), индикатор, раствор массовой концентрации 0,2 г/дм³.

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

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

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

Стандартный раствор железа 1,000 г карбонильного железа растворяют в 80 см³ соляной кислоты, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ полученного раствора содержит 0,001 г железа.

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 см³ воды, нагревая до кипения. Энергично размешивая, 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. Перекристаллизацию реактива квалификации «ч. д. а.» повторяют.

Стандартный раствор двухромовокислого калия: 1,2260 г 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 до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора соответствует 0,001396 г железа.

Допускается применять титрованный раствор двухромовокислого калия 1,2 г/дм³, массовую концентрацию которого устанавливают по стандартному раствору железа следующим образом: 10 см³ стандартного раствора железа помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ соляной кислоты, 100 см³ горячей воды, прибавляют раствор марганцовокислого калия до желтой окраски раствора. Затем нагревают раствор до 80—90 °С, прибавляют по каплям при перемешивании раствор двухлористого олова до обесцвечивания и 1—2 капли в избыток. Стенки колбы обмывают водой и перемешивают. Раствор охлаждают, приливают 5 см³ раствора хлорной ртути или суспензии окиси ртути и снова перемешивают. Через 5 мин приливают 20 см³ смеси кислот, 10 см³ раствора дифениламинсульфоната натрия и сразу титруют раствором двухромовокислого калия до устойчивой темно-фиолетовой окраски раствора.

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

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

где m — масса навески карбонильного железа в аликвоте стандартного раствора, 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.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатышей массой 0,25 г помещают в сухую коническую колбу вместимостью 250—500 см³, добавляют 5 г хлористого калия, 30 см³ раствора хлорного железа, закрывают пробкой, перемешивают на встряхивающей машине в течение 30 мин. Пробку вынимают, обмывают ее водой, приливают 150 см³ воды, 20 см³ смеси кислот, 10 см³ раствора дифениламинсульфоната натрия и титруют раствором бихромата калия до устойчивой темно-фиолетовой окраски раствора.

3.2. Для внесения поправки на содержание металлического железа в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

Для определения металлического железа могут быть использованы фильтраты, полученные при определении закиси железа в материалах, содержащих металлическое железо, по ГОСТ 18262.3, п. 3.2.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где C — массовая концентрация раствора двухромовокислого калия по железу, г/см^3;

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

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

m — масса навески, г;

3 — коэффициент пересчета общего количества железа, определенного при титровании, на соответствующее количество железа металлического (по уравнению реакции).

4.2. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля металлического железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,5 до 1,0 включ.	0,1
Св. 1 » 2 »	0,2
» 2 » 5 »	0,3

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

И. М. Кузьмин, Л. В. Камаева (руководитель темы), **Н. А. Зобнина, Н. Н. Шавкунова, 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 г.
Периодичность проверки — 8 лет

4. **ВЗАМЕН** ГОСТ 18262.4—72

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 5230—74	2
ГОСТ 4147—74	2	ГОСТ 6552—80	2
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 18262.0—88	1
ГОСТ 4220—75	2	ГОСТ 18262.3—88	3.2
ГОСТ 4234—77	2	ГОСТ 20490—75	2

gost.e-ecolog.ru