

**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 титаномagnetитовые 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/дм³) до двухвалентного и титровании последнего раствором двуххромовокислого 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 пироксернокислый по ГОСТ 7172.

Олово по ГОСТ 860 или олово гранулированное.

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 (дифениламинсульфонат 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.

Ртуты окись желтая по ГОСТ 5230 или ртуть окись красная суспензия массовой концентрации 20 г/дм³.

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

Олово двуххлористое 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 двуххлористого 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 двуххлористого олова растворяют

в 10 см³ соляной кислоты при нагревании, разбавляют водой до 100 см³ и перемешивают.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220, Реактив квалификации «х. ч.» или «ч. д. а.», используемый для приготовления стандартного раствора, перекристаллизовывают следующим образом: 100 г двуххромовокислого 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 двуххромовокислого калия: 4,3900 г (для раствора А) и 7,0239 г (для раствора Б) двуххромовокислого 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 двуххромовокислого калия, приготовленные следующим образом: 47,28; 52,95; 79,01 или 126,36 г двуххромовокислого калия растворяют в 18 дм³ воды, перемешивают и устанавливают массовую концентрацию полученных растворов либо по стандартному образцу, проведенному через стадию анализа, либо по карбонильному железу.

Массовую концентрацию (С) раствора двуххромовокислого 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 двуххлористого олова А и нагревают до растворения, не допуская кипения. Затем продолжают определение по п. 3.1.2.

Массовую концентрацию (С) титрованного раствора двуххромовокислого 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 двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора железа, см³;

V_1 — объем раствора двуххромовокислого 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

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

- 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 двуххлористого олова или 0,1—0,3 см³ раствора А двуххлористого олова, накрывают колбу и нагревают до растворения, не допуская кипения. При необходимости в процессе растворения добавляют двуххлористое 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 двуххлористого 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 аллоидной 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 двуххромовокислого 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 прокалывают до полного выгорания углеродистых частиц фильтра. Остаток в тигле смачивают несколькими каплями серной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 5—6 см³ фтористоводородной кислоты и вываривают до прекращения выделения паров серного ангидрида. К остатку прибавляют 2—4 г пироксерникового 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 плава 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 гидрооксидов 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 от 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. 3.1.2.

4.2. Разложение спеканием

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 паниросную 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 $\frac{3}{4}$ 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 стёпкам 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

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

где C — массовая концентрация раствора двуххромовокислого калия, г/см³;

V_2 — объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

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

m — масса навески высушенной пробы, г.

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

Массовая доля железа (общего), %	Абсолютное допустимое 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 18262.1—88	1
ГОСТ 4526—75	2	ГОСТ 20490—75	2
ГОСТ 5230—74	2	ГОСТ 22180—76	2