

РУДЫ ХРОМОВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ

Методы определения железа общего

ГОСТ 15848.2—90

Chromium ores and concentrates
Methods for determination of total iron

(ИСО 6130—85)

НИОТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

ОКСТУ 0741

Срок действия с 01.01.92

до 01.01.2002

Настоящий стандарт распространяется на хромовые руды и концентраты и устанавливает титриметрические (комплексометрический 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. КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ 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.

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 сернистый 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 этилендиамина-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°C. 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 (С) 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 нерастворяемые 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 гидроксида и 5 см³ в избыток, 1 см³ пероксида водорода и перемешивают. Содержимое стакана нагревают до кипения под стеклом, выдерживают на тепловой 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 рН 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_1	d_2	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 двуххромовокислого 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.