

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

**РУДЫ ТИТАНОМАГНЕТИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ,
АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ
ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ****Метод определения залежи железа**Titanomagnetite ores, ironvanadium
concentrates, agglomerates and pellets.Method for determination
of ferrous oxide**ГОСТ 18262.3—88**

ОКСТУ 0720

**Срок действия с 01.01.90
до 01.01.2009****Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на титаномагнетитовые руды, концентраты, агломераты и окатыши железованадиевые и устанавливает титриметрический метод определения двухвалентного железа в пересчете на залежь при массовой доле от 1 до 40 %.

Метод основан на растворении навески пробы в соляной кислоте в присутствии фтористого натрия и натрия углекислого и титровании ионов двухвалентного железа раствором двуххромовокислого калия в присутствии индикатора дифениламиносульфоната натрия.

При наличии в пробе металлического железа его предварительно растворяют обработкой навески раствором хлорного железа ($\text{pH}=1.00 \pm 0.05$) в присутствии хлористого калия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 18262.0.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Встряхивающая машина.

pH-метр.

- Кружочки фарфоровые или фторопластовые диаметром 1,5-2 см с отверстиями.

Асбестовый шнур.

- Асбест для фильтрования готовят следующим образом: 100-200 г шнурового асбеста нарезают небольшими кусочками, поме-

щают в стакан вместимостью 1–2 дм³, приливают 400–500 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят в течение 2–3 ч, отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают горячей водой и снова обрабатывают соляной кислотой при нагревании, отфильтровывают и промывают горячей водой до удаления следов железа (контроль по роданистому аммонию). Промытый асбест помещают в фарфоровую чашку, высушивают, прокаливают при 900–1000 °С в течение 1 ч и охлаждают. Прокаленный асбест хранят в банке с пробкой.

Железо карбонильное, ос. ч.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463.

Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201 и раствор массовой концентрации 40 г/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:4 и 1:25, насыщенная углекислым газом.

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

Железо треххлористое б-водное по ГОСТ 4147, раствор массовой концентрации 160 г/дм³, готовят следующим образом: 160 г треххлористого железа растворяют в 1 дм³ воды и фильтруют через фильтр средней плотности. Устанавливают pH раствора 1,00±0,05 на pH-метре добавлением раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1.

Дифениламин-4-сульфокислоты натриевая соль (дифениламинсульфонат натрия), индикатор, раствор массовой концентрации 0,2 г/дм³ на фосфорной кислоте, приготовленный следующим образом: 0,1 г индикатора растворяют в 400 см³ воды, приливают 100 см³ фосфорной кислоты и перемешивают.

Ртуть окись желтая по ГОСТ 5230 или ртуть окись красная.

Ртуть хлорная, раствор концентрации 20 г/дм³, который можно приготовить также 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, раствор массовой концентрации 100 г/дм³, приготовленный следующим образом: 10 г соли растворяют в 10 см³ соляной кислоты при нагревании. После охлаждения разбавляют водой до 100 см³ и перемешивают.

Стандартный раствор железа готовят следующим образом: 1,000 г карбонильного железа растворяют в 80 см³ соляной кислоты, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³.

доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ полученного раствора содержит 0,001 г железа.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220. Если двухромовокислый калий, имеющий квалификацию «х. ч.» или «ч. д. а.», используется для приготовления стандартного раствора, его необходимо перекристаллизовать следующим образом: 100 г двухромовокислого калия растворяют в 100 см³ воды при нагревании до кипения. Энергично перемешивая, раствор выливают тонкой струей в фарфоровую чашку для получения мелких кристаллов. Охлаждают раствор холодной водой и выпавшие кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на воронке с пористой пластинкой, сушат 2–3 ч при 100–150 °C, растирают в порошок и окончательно высушивают при 180–200 °C в течение 10–12 ч. Перекристаллизацию реактива квалификации «ч. д. а.» повторяют.

Стандартные растворы двухромовокислого калия готовят следующим образом: 3,4122 г (для раствора А) и 1,7061 г (для раствора Б) двухромовокислого калия, перекристаллизованного и высушенного при 180–200 °C до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют в 100 см³ воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают 1 см³ раствора А соответствует 0,005 г засыпки железа.

1 см³ раствора Б соответствует 0,0025 г засыпки железа.

Допускается применять титрованные растворы двухромовокислого калия 3,4 и 1,7 г/дм³, массовую концентрацию которых устанавливают по карбонильному железу или по стандартному образцу, проведенному через стадии анализа.

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

$$C = \frac{mA}{(V_1 - V_2) \cdot 100} \cdot$$

где *m* — масса навески высущенной пробы стандартного образца, г;

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

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

*V*₁ — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³.

Массовую концентрацию титрованного раствора двухромовокислого калия по карбонильному железу устанавливают следующим образом. Навеску карбонильного железа массой 0,1 г (для

раствора 3,4 г/дм³) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, смачивают водой, прибавляют 20 см³ соляной кислоты 2,0–2,5 см³ раствора двуххлористого олова и растворяют при нагревании, не допуская кипения. Для установления массовой концентрации титрованного раствора двуххромовокислого калия 1,7 г/дм³ в коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают 10 см³ стандартного раствора железа и приливают 10 см³ соляной кислоты. Затем к раствору, полученному тем или другим способом, приливают 100 см³ горячей воды. Если при растворении карбонильного железа введен избыток двуххлористого олова, к раствору прибавляют по каплям при перемешивании раствор марганцовокислого калия до устойчивой же этой окраски. Затем раствор нагревают до 80–90 °С, прибавляют по каплям при перемешивании раствор двуххлористого олова до обесцвечивания и 1–2 капли в избыток. После восстановления железа стеки колбы обмывают водой, приливают 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, раствор охлаждают, приливают 5 см³ хлорной ртуты и перемешивают. Через 5 мин приливают 10 см³ раствора дифениламинсульфоната натрия и титруют соответствующим раствором двуххромовокислого калия до устойчивой темно-фиолетовой окраски раствора.

Массовую концентрацию (*C*) раствора двуххромовокислого калия в граммах закиси железа на кубический сантиметр, установленную по карбонильному железу, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m \cdot 1,2865}{V_2 - V_1},$$

где *m* — масса карбонильного железа, взятая для установления массовой концентрации раствора двуххромовокислого калия, г;

*V*₂ — объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора карбонильного железа, см³;

*V*₁ — объем раствора, двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

1,2865 — коэффициент пересчета железа на закись железа.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Для материалов, не содержащих металлическое железо

Навеску массой 0,25–0,5 г (в зависимости от предполагаемого содержания закиси железа) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 0,5 г фтористого натрия, 2 г кислотного углекислого натрия, приливают 25 см³ соляной кислоты и быстро закрывают колбу пробкой с отводной трубкой. Конец отводной трубки помещают в стакан для сбора конденсата. Вместо отводной трубки для изоляции раствора от кислорода воздуха можно