

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 ($\text{pH}=1,00 \pm 0,05$) в присутствии хлористого калия и титрования двухвалентного железа, эквивалентной массовой доле метallocического железа, бихроматом калия в присутствии индикатора трифениламиносульфоната натрия.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу 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 см³ серной кислоты вливают при перемешивании в 500 см³ воды, охлаждают, приливают 150 см³ фосфорной кислоты, доливают водой до 1 дм³ и перемешивают.

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 рН = 1,00 \pm 0,05 на рН-метре, используя раствор соляной кислоты, разбавленной 1:1.

Олово двуххлористое 2-водное раствор массовой концентрации 100 г/дм³: 10 г двуххлористого 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.

Ртуть окись желтая по ГОСТ 5230 или ртуть 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 реагент, 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 °C, растирают в порошок и окончательно высушивают при 180—200 °C в течение 10—12 ч. Перекристаллизацию реагента квалификации «ч. д. а.» повторяют.

Стандартный раствор двухромовокислого калия: 1,2260 г двухромовокислого калия, перекристаллизованного и высшенного при 180—200 °C 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 двуххлористого 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.