

**РУДЫ ТИТАНОМАГNETИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ,  
 АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ  
 ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ**

**ГОСТ 18262.2—88**

**Метод определения железа**

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 титаномагнетитовые 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/дм<sup>3</sup>) 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/дм<sup>3</sup> и 100 г/дм<sup>3</sup> (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/дм<sup>3</sup>. Допускается готовить раствор следующим образом: 0,1 г индикатора растворяют в 400 см<sup>3</sup>, приливают 100 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты и тщательно перемешивают.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор 30 г/дм<sup>3</sup>

Ртуть окись желтая по ГОСТ 5230 или ртути окись красная суспензия массовой концентрации 20 г/дм<sup>3</sup>.

Ртуть хлорная, раствор массовой концентрации 20 г/дм<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты при перемешивании. Затем приливают 200 см<sup>3</sup> воды, охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:1, раствор фильтруют, разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Олово двуххлористое 2-водное по нормативно-технической документации и растворы массовой концентрации 1000 и 100 г/дм<sup>3</sup>, приготовленные следующим образом.

Раствор А, 1000 г/дм<sup>3</sup>: 1000 г двуххлористого олова растворяют при нагревании и перемешивании в 500 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавляют этой же кислотой до 1 дм<sup>3</sup>, прибавляют несколько гранул или кусочков (5—10 г) металлического олова, перемешивают и хранят раствор в склянке с пробкой

Раствор Б, 100 г/дм<sup>3</sup>: 100 см<sup>3</sup> раствора А разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают или 10 г двуххлористого олова растворяют

в 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты при нагревании, разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220. Реактив квалификации «х. ч.» или «ч. д. а.», используемый для приготовления стандартного раствора, перекристаллизовывают следующим образом: 100 г двухромовокислого калия растворяют в 100 см<sup>3</sup> 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 двухромовокислого калия: 4,3900 г (для раствора А) и 7,0239 г (для раствора Б) двухромовокислого калия, перекристаллизованного и высушенного при 180—200 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup> и растворяют в 300 см<sup>3</sup> воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>; доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А соответствует 0,005 г железа;

1 см<sup>3</sup> раствора Б соответствует 0,008 г железа.

Допускается применять титрованные растворы двухромовокислого калия, приготовленные следующим образом: 47,28; 52,95; 79,01 или 126,36 г двухромовокислого калия растворяют в 18 дм<sup>3</sup> воды, перемешивают и устанавливают массовую концентрацию полученных растворов либо по стандартному образцу, проведенному через стадии анализа, либо по карбонильному железу.

Массовую концентрацию (С) раствора двухромовокислого калия по карбонильному железу устанавливают следующим образом: навеску карбонильного железа массой 0,1—0,3 г помещают в колбу вместимостью 250—500 см<sup>3</sup>, смачивают водой, приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, прибавляют 0,2—0,5 г или 0,2—0,5 см<sup>3</sup> раствора двухлористого олова А и нагревают до растворения, не допуская кипения. Затем продолжают определение по п. 3.1.2.

Массовую концентрацию (С) титрованного раствора двухромовокислого 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 двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора железа, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>.

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

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

- 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, см<sup>3</sup>;
- $V_1$  — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

#### 3.1. Кислотное разложение

3.1.1. Навеску массой 0,25—0,50 г помещают в колбу вместимостью 250—500 см<sup>3</sup>, смачивают водой, приливают 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора фтористого аммония 400 г/дм<sup>3</sup> или 5—10 капель фтористоводородной кислоты. Для ускорения растворения прибавляют 0,1—0,3 г кристаллического двуххлористого олова или 0,1—0,3 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1:4, и перемешивают. Раствор охлаждают, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора хлорной 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.