

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР****РУДЫ ТИТАНОМАГНЕТИТОВЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ,  
АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ  
ЖЕЛЕЗОВАНАДИЕВЫЕ****Методы определения хрома**

Titanomagnetite ores, ironvanadium  
concentrates, agglomerates and pellets.  
Methods for determination of chromium

**ГОСТ 18262.10-88**

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 фотометрический метод определения хрома при массовой доле от 0,02 до 0,5% и титриметрический метод — при массовой доле от 0,5 до 1%.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 18262.0.

**2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**

Метод основан на окислении дифенилкарбазида шестивалентным хромом в кислой среде с образованием соединения красно-фиолетового цвета. Отделение хрома от сопутствующих компонентов проводят сплавлением навески пробы со смесью перекиси натрия и углекислого натрия с последующим выщелачиванием плава в воде.

**2.1. Аппаратура и реактивы**

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева не менее 700°C.

Спектрофотометр или фотозелектроколориметр (абсорбционметр).

Тигли никелевые или стеклоуглеродные.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрия перекись.

С. 2 ГОСТ 18262.10—88

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с молярной концентрацией эквивалента 6 моль/дм<sup>3</sup>, приготовленный следующим образом: к 700 см<sup>3</sup> воды приливают 165 см<sup>3</sup> серной кислоты, охлаждают, прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до появления бледно-розовой окраски, разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Кислота уксусная по ГОСТ 61 и разбавленная 1:8.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор массовой концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор массовой концентрации 25 г/дм<sup>3</sup>.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор массовой концентрации 10 г/дм<sup>3</sup>.

8-оксихинолин, раствор массовой концентрации 25 г/дм<sup>3</sup>, приготовленный следующим образом: 2,5 г 8-оксихинолина растворяют в 10 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, разбавленной 1:8, и разбавляют этим же раствором кислоты до 100 см<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Хлороформ медицинский.

1,5-дифенилкарбазид по нормативно-технической документации, раствор массовой концентрации 1 г/дм<sup>3</sup>, приготовленный следующим образом: 0,1 г дифенилкарбазида растворяют в 10 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, приливают 90 см<sup>3</sup> этилового спирта и перемешивают.

Перекись водорода по ГОСТ 10929.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220. Если реагент имеет квалификацию «ч. д. а.» или «х. ч.», его необходимо перекристаллизовать следующим образом: 100 г двухромовокислого калия растворяют в 150 см<sup>3</sup> воды при нагревании 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 из воронки с пористой стеклянной пластинкой, сушат 2—3 ч при 100—105°C, растирают в порошок и окончательно высушивают при 180—200°C в течение 10—12 ч. Переクリсталлизацию реагента квалификации «ч. д. а.» повторяют.

Стандартные растворы хрома, приготовленные следующим образом:

Раствор А. 0,2829 г двухромовокислого калия, перекристаллизованного (при необходимости) и высшенного при 180—200°C до постоянной массы, растворяют в 200 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> стандартного раствора А соответствует 0,0001 г хрома.

Раствор Б. 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

шивают. 1 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б соответствует 0,000005 г хрома.

Метиловый оранжевый [4-(диметиламино)-азобензол-4'-сульфокислоты натриевая соль], индикатор, водный раствор массовой концентрации 1 г/дм<sup>3</sup>.

## 2.2. Проведение анализа

2.2.1. Масса навески и аликвота анализируемого раствора в зависимости от содержания хрома указаны в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля хрома, %	Масса навески, г	Аликвота анализируемого раствора, см <sup>3</sup>
От 0,02 до 0,05	0,5	25
Св. 0,05 > 0,1	0,2	25
> 0,1 > 0,25	0,2	10
> 0,25 > 0,5	0,2	5

2.2.2. В никелевый или стеклоуглеродный тигель, содержащий 1 г углекислого натрия, помещают навеску, прибавляют 1 г перекиси натрия и перемешивают сухим стальным шпателем.

Нагревают тигель до расплавления смеси и сплавляют в течение 3 мин в никелевом тигле при 650—700 °C или в стеклоуглеродном тигле при 600—650 °C.

Тигель с плавом охлаждают, помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, выщелачивают плав в 80—100 см<sup>3</sup> воды и кипятят раствор для разрушения перекиси водорода. Вынимают тигель из стакана и обмывают его водой. Если раствор имеет фиолетовую или зеленую окраску, добавляют несколько капель перекиси водорода и снова кипятят.

Раствор охлаждают и вместе с осадком переливают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки, перемешивают и фильтруют через сухой фильтр в сухую коническую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

2.2.3. Аликвоту анализируемого раствора (в соответствии с табл. 1) помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают раствор контрольного опыта до объема 25 см<sup>3</sup> и нейтрализуют раствором серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 6 моль/дм<sup>3</sup> в присутствии метилового оранжевого.

2.2.4. Если отношение ванадия к хрому более чем 10:1, аликвоту анализируемого раствора после нейтрализации помещают в делительную воронку вместимостью 150 см<sup>3</sup>, устанавливают pH 3,5—4, приливают 0,1 см<sup>3</sup> раствора 8-оксихинолина, 3 см<sup>3</sup> хлороформа и раствор интенсивно встряхивают 1 мин. Органический слой отделяют, снова добавляют 0,1 см<sup>3</sup> раствора 8-оксихинолина и экстракцию хлороформом повторяют до получения бесцветного

хлороформного экстракта. Водный раствор фильтруют через фильтр средней плотности для удаления остатков хлороформа и промывают фильтр 3–4 раза водой.

2.2.5. К раствору, полученному по п. 2.2.3 или 2.2.4, приливают 2 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 6 моль/дм<sup>3</sup>, нагревают до кипения, приливают 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра и 10 см<sup>3</sup> раствора надсернокислого аммония. Раствор кипятят 15–20 мин, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора дифенилкарбазида, доливают водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора сразу или, если присутствует ванадий в анализируемой пробе, через 10 мин на спектрофотометре при длине волн 540 нм или фотоэлектроколориметре в интервале длин волн от 520 до 540 нм.

В качестве раствора сравнения используют воду.

2.2.6. Для внесения поправки на содержание хрома в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденному значению оптической плотности анализируемого раствора за вычетом значения оптической плотности раствора контрольного опыта находят содержание хрома по градуировочному графику.

2.2.7. Для построения градуировочного графика в шесть из семи стаканов вместимостью 100 см<sup>3</sup>, содержащих по 25 см<sup>3</sup> раствора контрольного опыта, помещают 1, 2, 3, 4, 5 и 6 см<sup>3</sup> стандартного раствора хрома Б, что соответствует 0,000005, 0,000010, 0,000015, 0,000020, 0,000025 и 0,000030 г хрома, нейтрализуют раствором серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 6 моль/дм<sup>3</sup> по метиловому оранжевому и дают 2 см<sup>3</sup> в избыток. Растворы перемешивают, нагревают до кипения, приливают по 1 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра и по 10 см<sup>3</sup> раствора надсернокислого аммония. Растворы кипятят 10–15 мин, охлаждают, переливают в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают по 5 см<sup>3</sup> раствора дифенилкарбазида, доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность измеряют, как указано в п. 2.2.5.

Раствор седьмой колбы, не содержащий стандартного раствора хрома, служит раствором контрольного опыта для градуировочного графика.

По найденным значениям оптической плотности растворов для градуировочного графика за вычетом значения оптической плотности раствора контрольного опыта и соответствующим концентрациям хрома строят градуировочный график.

### 2.3. Обработка результатов

2.3.1. Массовую долю хрома ( $X_C$ ) в процентах вычисляют по формуле