

**РУДЫ ХРОМОВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ****Метод определения оксида железа (II)**

Chromium ores and concentrates  
Method for determination of ferrous protoxide (II)

ГОСТ 15848.3—90

ОКСТУ 0741

Срок действия с 01.01.92

до 01.01.2002

Настоящий стандарт распространяется на хромовые руды и концентраты и устанавливает титриметрический метод определения массовой доли оксида железа (II) от 0,5 до 20 %.

Метод основан на разложении навески руды или концентрата в смеси серной и фосфорной кислот, к которой добавляют раствор ванадия (V). Железо (II) окисляют ванадием (V) до железа (III). Избыток ванадия (V) оттитровывают раствором соли Мора в присутствии индикатора-дифениламинсульфоната натрия.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

Общие требования к методу анализа -- по ГОСТ 15848.0.

**2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

Кислота серная по ГОСТ 4204 или ГОСТ 14262 и разбавленная (1:4).

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490 (перманганат калия), раствор с массовой концентрацией 3 г/дм<sup>3</sup>.

Дифениламин-4-сульфокислоты натриевая соль (дифениламинсульфонат натрия), раствор с массовой концентрацией 0,7 г/дм<sup>3</sup>.

Смесь серной и фосфорной кислот: 2 см<sup>3</sup> серной кислоты смешивают со 100 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты, приливают 2,5 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия и нагревают до выделения паров серной кислоты.

Ванадия (V) оксид, ос. ч.

Раствор ванадия (V): 100 см<sup>3</sup> смеси кислот наливают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Содержимое стакана нагревают и при перемешивании добавляют 7 г оксида ванадия (V). Нагревание продолжают до полного растворения оксида ванадия (V). Раствор охлаждают. В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> наливают 800—850 см<sup>3</sup> воды, затем вливают полученный раствор, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220 (дихромат калия), х. ч. или ч. д. а, перекристаллизованный следующим образом: 100 г двуххромовокислого калия растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, нагревая до кипения. Для получения мелких кристаллов раствор тонкой струей при энергичном перемешивании выливают в фарфоровую чашку, охлаждаемую холодной водой. Выпавшие кристаллы отфильтровывают под вакуумом 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 реактива квалификации ч. д. а. проводят дважды.

Стандартный раствор двуххромовокислого калия с молярной концентрацией эквивалента  $c(1/6K_2Cr_2O_7) = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup>: 2,4515 г двуххромовокислого калия помещают в стакан вместимостью 300—400 см<sup>3</sup>, приливают 150—200 см<sup>3</sup> воды, нагревают до растворения соли и охлаждают. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см<sup>3</sup> раствора соответствует 0,00359 г оксида железа (II).

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор с молярной концентрацией  $c(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup>: 20 г соли растворяют в 200 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4). Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают. Для установления массовой концентрации раствора соли Мора в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> приливают 25 см<sup>3</sup> раствора двуххромовокислого калия, 10 см<sup>3</sup> смеси кислот, доливают водой до 130—150 см<sup>3</sup>, приливают 2 см<sup>3</sup> раствора индикатора дифениламинсульфоната натрия и титруют раствором соли Мора до перехода окраски раствора из фиолетовой в зеленую.

Массовую концентрацию раствора соли Мора (С) по оксиду железа (II) в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C = \frac{V \cdot 0,00359}{V_1},$$

где V — объем раствора двуххромовокислого калия, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

0,00359 — масса оксида железа (II), которая соответствует 1 см<sup>3</sup> раствора двуххромовокислого калия, г;

$V_1$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

Для установления соотношения между растворами ванадия (V) и соли Мора в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> приливают 30 см<sup>3</sup> смеси кислот и 10 см<sup>3</sup> отмеренного пипеткой или бюреткой раствора ванадия (V), перемешивают и нагревают до начала выделения паров серной кислоты. Раствор охлаждают, приливают 100 см<sup>3</sup> воды, 2 см<sup>3</sup> раствора дифениламинсульфоната натрия и титруют раствором соли Мора с молярной концентрацией 0,05 моль/дм<sup>3</sup> до перехода окраски раствора из фиолетовой в зеленую.

Коэффициент ( $K$ ), определяющий соотношение между объемами растворов ванадия (V) и соли Мора, вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_2}{V_3}$$

где  $V_2$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование ванадия (V), см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем раствора ванадия (V), взятый для титрования, см<sup>3</sup>.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> приливают 30 см<sup>3</sup> смеси кислот и 10 см<sup>3</sup> отмеренного пипеткой или бюреткой раствора ванадия (V), перемешивают и нагревают до начала выделения паров серной кислоты.

В охлажденный раствор помещают 0,2 г хромовой руды или концентрата, колбу накрывают часовым стеклом и нагревают при 360—380°C до полного разложения навески, периодически перемешивая содержимое колбы во избежание прилипания частиц к стенкам колбы. Раствор охлаждают, приливают 100 см<sup>3</sup> воды, 2 см<sup>3</sup> раствора дифениламинсульфоната натрия и титруют раствором соли Мора с молярной концентрацией 0,05 моль/дм<sup>3</sup> до перехода окраски раствора из фиолетовой в зеленую.

### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю оксида железа (II) ( $X_{FeO}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{FeO} = \frac{(V_4 \cdot K \cdot V_2) \cdot C \cdot 100}{m}$$

где  $V_4$  — объем раствора ванадия (V), взятый для анализа, см<sup>3</sup>;

$K$  — коэффициент, определяющий соотношение между объемами растворов ванадия (V) и соли Мора;

$V_5$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование раствора пробы,  $\text{см}^3$ ;

$C$  — массовая концентрация раствора соли Мора по оксиду железа (II),  $\text{г}/\text{см}^3$ ;

$m$  — масса навески высушенной руды или концентрата, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида железа (II) в процентах приведены в таблице.

Массовая доля оксида железа (II), %	$\Delta$	$J_R$	$d_1$	$d_2$	$\delta$
От 0,5 до 1	0,2	0,25	0,2	0,25	0,15
Св. 1 > 2	0,3	0,35	0,3	0,35	0,2
> 2 > 4	0,5	0,6	0,5	0,6	0,3
> 4 > 8	0,7	0,85	0,7	0,85	0,45
> 8 > 13	0,95	1,2	1,0	1,2	0,6
> 13 > 20	1,1	1,4	1,2	1,4	0,75

**1. РАЗРАБОТАН Министерством Металлургии СССР  
РАЗРАБОТЧИКИ**

**Н. И. Стенина** (руководитель темы), **Г. В. Шибалко**, **Н. А. Забурная**

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 № 3671

**3. ВЗАМЕН ГОСТ 15848.3—70**

**4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4208—72	2
ГОСТ 4220—75	2
ГОСТ 6552—80	2
ГОСТ 14262—78	2
ГОСТ 15848.0—85	1
ГОСТ 20490—75	2