



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

**РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ,  
АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ  
ПРЕДВАРИТЕЛЬНО ВОССТАНОВЛЕННЫЕ  
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО ЖЕЛЕЗА**

**ГОСТ 26482—90  
(СТ СЭВ 4519—84)**

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО УПРАВЛЕНИЮ КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ

Москва

**РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ  
И ОКАТЫШИ ПРЕДВАРИТЕЛЬНО  
ВОССТАНОВЛЕННЫЕ****Метод определения металлического железа**Previously reduced iron ores, concentrates,  
agglomerates and pellets.

Method for the determination of metallic iron

**ГОСТ  
26482—90****(СТ СЭВ  
4519—84)**

ОКСТУ 0709

Срок действия с 01.07.91  
до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на восстановленные железные руды, концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает титриметрический метод определения металлического железа при массовой доле от 1 до 95 %.

Стандарт не распространяется на офлюсованные материалы с массовой долей металлического железа менее 5 %.

Метод основан на селективном растворении металлического железа в растворе хлорного железа ( $pH=1,0\pm 0,05$ ) в присутствии хлористого калия и титровании двухвалентного железа раствором двуххромовокислого калия в присутствии индикатора дифениламин-сульфоната натрия или бария.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23581.0, кроме пп. 13 и 14.

1.2. Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности  $P=0,95$ ) не превышает предела  $\Delta$  при выполнении следующих условий:

расхождение между результатами двух (трех) параллельных определений (при доверительной вероятности  $P=0,95$ ) не должно превышать значения  $d_2(d_3)$ ;

воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли элемента не должно отличаться от аттестованного более чем на допустимое (при доверительной вероятности  $P=0,85$ ) значение  $\delta$ ;

расхождение между двумя результатами одной пробы, полученными в разных условиях (разными исполнителями, в разное время), не должно превышать значения  $d_k$  (при доверительной вероятности  $P=0,95$ ).

При невыполнении одного из указанных условий проводят повторное определение. Если и при повторном определении требования к точности результатов анализа не выполняются, результаты признают неверными, измерения прекращают до выяснения и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

## 2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

pH-метр.

Машина встряхивающая или магнитная мешалка.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Смесь серной и фосфорной кислот: 150 см<sup>3</sup> серной кислоты вливают при перемешивании в 500 см<sup>3</sup> воды, охлаждают, приливают 150 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты, доливают водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Железо карбонильное, ос. ч.

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Олово двуххлористое 2-водное, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>, приготовленный следующим образом: 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.

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

Ртуть хлорная, раствор концентрации 20 г/дм<sup>3</sup>, который можно приготовить также из окиси ртути следующим образом: 16 г окиси ртути перемешивают 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, разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

Железо треххлористое 6-водное (хлорное железо) по ГОСТ 4147, раствор, приготовленный следующим образом: 200 г хлористого калия растворяют в 600 см<sup>3</sup> воды при нагревании. После охлаждения в полученном растворе растворяют 166 г треххлористого железа, разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup>, перемешивают и устанавливают pH раствора ( $1,0 \pm 0,05$ ) на pH-метре, используя соляную кислоту, разбавленную 1:1, или раствор гидроокиси калия.

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

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220.

Если реактив, имеющий квалификацию «х. ч.» или «ч.д.а.», используется для приготовления стандартного раствора, его необходимо перекристаллизовать следующим образом: 100 г двуххромовокислого калия растворяют в 150 см<sup>3</sup> воды, нагревая до кипения. Горячий раствор быстро фильтруют через бумажный складчатый фильтр. Энергично размешивая, раствор выливают тонкой струйкой в фарфоровую чашку для получения мелких кристаллов. Охлаждают чашку с раствором холодной водой и выпавшие кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на воронке с пористой пластиной, сушат 2—3 ч при 100—105 °С, растирают в порошок и окончательно высушивают при 180—200 °С в течение 10—12 ч. Перекристаллизацию реактива квалификации «ч. д. а.» повторяют.

Стандартные растворы двуххромовокислого калия, приготовленные следующим образом: 4,9032 г (раствор А) или 1,2260 г (раствор Б) двуххромовокислого калия, перекристаллизованного и высушенного при 180—200 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> и растворяют в воде. 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 0,005585 г железа;

1 см<sup>3</sup> раствора Б соответствует 0,001396 г железа.

Допускается использовать титрованные растворы двуххромовокислого калия 4,9 и 1,2 г/дм<sup>3</sup>, массовую концентрацию которых устанавливают по карбонильному железу.

Навеску карбонильного железа массой 0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 250—500 см<sup>3</sup>, приливают 15—20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 1—2 см<sup>3</sup> раствора двуххлористого олова и растворяют при нагревании. Если после окончания растворения раствор бесцветный, приливают по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой желтой окраски. К горячему раствору по каплям при перемешивании прибавляют раствор двуххлористого олова до обесцвечивания и 1—2 капли в избыток. Стенки колбы обмывают водой, приливают 100—120 см<sup>3</sup> воды, перемешивают и после охлаждения приливают 5 см<sup>3</sup> раствора хлорной ртути или суспензии окиси ртути и перемешивают.

Через 5 мин приливают 20 см<sup>3</sup> смеси кислот, 2 см<sup>3</sup> раствора индикатора и титруют раствором А двуххромовокислого калия до появления устойчивой темно-фиолетовой окраски.

Для установления массовой концентрации раствора Б двуххромовокислого калия помещают 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора железа в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, нагревают раствор до 80—90 °С, приливают по каплям при перемешивании раствор двуххлористого олова до обесцвечивания и 1—2 капли в избыток. Стенки колбы обмывают во-

дой, приливают 100—120 см<sup>3</sup> воды и перемешивают. Раствор охлаждают, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора хлорной ртути или суспензии окиси ртути и перемешивают. Через 5 мин приливают 20 см<sup>3</sup> смеси кислот, 2 см<sup>3</sup> раствора индикатора и титруют раствором Б двуххромовокислого калия до устойчивой темно-фиолетовой окраски.

Массовую концентрацию раствора двуххромовокислого калия (С) в граммах железа на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V - V_1},$$

где  $m$  — масса железа в навеске карбонильного железа или в аликвоте стандартного раствора железа, г;

$V$  — объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора железа, см<sup>3</sup>;

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

Стандартный раствор железа: 1,0000 г карбонильного железа растворяют в 80 см<sup>3</sup> соляной кислоты при нагревании, после охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержит 0,001 г железа.

Дифениламин-4-сульфокислоты натрия соль (дифениламин-сульфонат натрия) или дифениламин-4-сульфокислоты бариевая соль (дифениламинсульфонат бария), индикатор, раствор 2 г/дм<sup>3</sup>.

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску воздушно-сухой или высушенной 105—110 °С в установке под вакуумом пробы массой 0,5 г (при массовой доле металлического железа более 92 % масса навески не более 0,45 г) помещают в сухую коническую колбу вместимостью 250 или 500 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа и перемешивают 30—60 мин на магнитной мешалке или на встряхивающей машине. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Затем раствор фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата. Отбирают аликвоту 50 см<sup>3</sup> и помещают ее в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 300—350 см<sup>3</sup> воды, 20 см<sup>3</sup> смеси кислот, 2 см<sup>3</sup> раствора индикатора и титруют соответствующим раствором двуххромовокислого калия до устойчивой темно-фиолетовой окраски. При массовой доле металлического железа менее 5 % используют для титрования раствор двуххромовокислого калия Б.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю металлического железа ( $X_{\text{Fe мет}}$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{\text{Fe мет}} = \frac{C \cdot (V_2 - V_1) \cdot 100}{3 \cdot m} \cdot K,$$

где  $C$  — массовая концентрация раствора двуххромовокислого калия по железу, г/см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора анализируемой пробы, см<sup>3</sup>;

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

$3$  — коэффициент, учитывающий долю металлического железа в общем количестве железа, определенном при титровании;

$m$  — масса навески воздушно-сухой пробы в объеме титруемого раствора, г;

$K$  — коэффициент пересчета содержания металлического железа на содержание его в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - X_{\text{H}_2\text{O гитр}}},$$

где  $X_{\text{H}_2\text{O гитр}}$  — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1, %.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерений массовой доли металлического железа указаны в таблице.

| Массовая доля<br>металлического железа | %        |       |       |       |          |
|----------------------------------------|----------|-------|-------|-------|----------|
|                                        | $\Delta$ | $d_1$ | $d_2$ | $d_k$ | $\delta$ |
| От 1 до 2 включ.                       | 0,2      | 0,2   | 0,2   | 0,2   | 0,1      |
| Св. 2 » 5 »                            | 0,3      | 0,3   | 0,4   | 0,4   | 0,2      |
| » 5 » 10 »                             | 0,4      | 0,4   | 0,5   | 0,5   | 0,3      |
| » 10 » 20 »                            | 0,6      | 0,6   | 0,7   | 0,7   | 0,4      |
| » 20 » 50 »                            | 0,8      | 0,8   | 1,0   | 1,0   | 0,5      |
| » 50 » 95 »                            | 1,0      | 1,0   | 1,2   | 1,2   | 0,6      |

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР  
РАЗРАБОТЧИКИ

И. М. Кузьмин, Л. В. Камаева (руководитель темы), Н. А. Зобнина, Н. Н. Шавкунова

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 26.03.90 № 551

3. Срок первой проверки — 1994 г.  
Периодичность проверки — 5 лет

## 4. Стандарт соответствует СТ СЭВ 4519—84

## 5. Взамен ГОСТ 26482—85

## 6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела, пункта |
|-----------------------------------------|-----------------------|
| ГОСТ 3118—77                            | 2                     |
| ГОСТ 4147—74                            | 2                     |
| ГОСТ 4204—77                            | 2                     |
| ГОСТ 4220—75                            | 2                     |
| ГОСТ 4234—77                            | 2                     |
| ГОСТ 5230—74                            | 2                     |
| ГОСТ 6532—80                            | 2                     |
| ГОСТ 20490—75                           | 2                     |
| ГОСТ 23581.0—80                         | 1.1                   |
| ГОСТ 23581.1—79                         | 4.1                   |
| ГОСТ 24363—80                           | 2                     |

Редактор Н. Е. Шестакова

Технический редактор Л. А. Кузнецова

Корректор А. И. Зюбан

Сдано в наб. 20.04.90 Подл. в печ. 23.05.90 0,5 усл. печ. л., 0,5 усл. кр.-отт., 0,39 уч.-изд. л.  
Тираж 4000 Цена 10 кОрдена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП  
Новопресненский пер., 3  
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 665