УДК 622.349.3-15:546.72.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Методы определения железа (общего)

Raremetallic concentrates.
Method for the determination
of iron (general)

ГОСТ
25702.4—83*

ОКСТУ 1760

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 апреля 1983 г. № 1613 срок введения установлен

с 01.07.84

Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.88 № 3360 срок действия продлен до 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты и устанавливает методы определения железа (общего) (в пересчете на окись железа):

комплексонометрический в ильменитовом (при массовой доле от 25 до 55 %) и ниобиевом (пирохлоровом) (при массовой доле от 10 до 25 %) концентратах;

фотометрический в лопаритовом концентрате (при массовой доле от 0,5 до 3 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 25702.0—83.

2. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА (ОБЩЕГО) В ИЛЬМЕНИТОВОМ КОНЦЕНТРАТЕ

Метод основан на титровании железа раствором трилона Б при pH 1—2 в присутствии сульфосалициловой кислоты в качестве индикатора. Титан удерживают в растворе в виде виннокислого комплекса.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

** Переиздание (май 1994 г.) с Изменением № 1, утвержденным в сентябре 1988 г. (ИУС 1—89).*

gost.e-ecolog.ru

2.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 750 °С.

Тигли фарфоровые № 3 или 4 или кварцевые вместимостью 40 см³.

Бюретка вместимостью 25 см³.

Колбы конические вместимостью 300 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 200 см³.

Бумага индикаторная универсальная.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:2.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1.

Аммоний виннокислый по ГОСТ 4951—79, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³, готовят из фиксанала «стандарт-титр, 0,1 н. раствор».

1 см³ раствора трилона Б соответствует 3,99 мг окиси железа.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. **Проведение анализа**

2.2.1. Навеску пробы массой 0,05—0,1 г (в зависимости от содержания железа) помещают в кварцевый или фарфоровый тигель и сплавляют с 4 г пиросернокислого калия до получения жидкой легкоподвижной массы. Вначале сплавление ведут в муфеле, нагретом примерно до 500 °С, затем температуру постепенно повышают до 750 °С, прогревают плав при этой температуре в течение 10—15 мин, охлаждают, добавляют несколько капель серной кислоты и вновь сплавляют пробу до получения прозрачного плава.

Охлажденный тигель помещают в стакан вместимостью 200 см³, приливают 50 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1:2, и при умеренном нагревании и помешивании производят выщелачивание плава, после чего тигель удаляют из стакана и обмывают его стенки горячей водой, держа тигель над стаканом. Раствор переводят в коническую колбу вместимостью 300 см³, добавляют

3 капли азотной кислоты, нагревают раствор до 60 °С и приливают ~25 см³ аммиака до появления мути, которую затем растворяют добавлением нескольких капель концентрированной соляной кислоты, и 5 см³ раствора виннокислого аммония. Приливают воды до 150 см³, устанавливают аммиаком pH 2—3 по универсальной индикаторной бумаге, нагревают раствор до 70—80 °С, приливают 1—2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и титруют железо раствором трилона Б до перехода окраски раствора из красно-фиолетовой в ярко-лимонно-желтую.

2.3. **Обработка результатов**

2.3.1. Массовую долю окиси железа (общего) (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100 \cdot K}{m},$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

T — титр раствора трилона Б с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³, выраженный в г/см³ окиси железа;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83, п. 1.5;

m — масса навески пробы, г.

2.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси железа (общего), %	Допускаемое расхождение, %
25,0	0,7
40,0	1,0
50,0	1,2
55,0	1,3

2.3.1; 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА (ОБЩЕГО) В НИОБИЕВОМ (ПИРОХЛОРОВОМ) КОНЦЕНТРАТЕ

Метод основан на прямом титровании железа раствором трилона Б при pH 1—2 с сульфосалициловой кислотой в качестве индикатора. Ниобий отделяют от железа в виде растворимого ниобата калия путем сплавления концентрата с едким кали с последующей обработкой плава горячей водой.

3.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 800 °С.

Тигли никелевые вместимостью 50 см³.

Тигли из стеклоуглерода вместимостью 50 см³.

Колбы мерные вместимостью 500 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 300 см³.

Стекло часовое.

Бумага индикаторная универсальная.

Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:2.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний виннокислый по НТД, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80 и раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³.

Раствор составного реагента; готовят следующим образом: к 200 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:2, приливают 100 см³ раствора виннокислого аммония.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ готовят из фиксанала «стандарт-титр, 0,1 н. раствор».

1 см³ раствора трилона Б соответствует 3,99 мг окиси железа.

Титр раствора трилона Б устанавливают в условиях проведения анализа по стандартному образцу, близкому по составу и содержанию окиси железа в анализируемом концентрате.

Титр раствора трилона Б с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ (T), выраженный в г/см³ окиси железа, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot n}{V \cdot 100},$$

где m — масса навески стандартного образца, г;

n — массовая доля окиси железа в стандартном образце, %;

V — объем раствора трилона Б с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. **Проведение анализа**

3.2.1. Навеску концентрата массой 0,1 г помещают в никелевый или стеклоуглеродный тигель и сплавляют с 4 г гидроокиси калия в муфельной печи вначале при умеренной температуре, а затем при 700 °С в течение 5 мин до получения легкоподвижной массы.

Охлажденный тигель помещают в стакан вместимостью 300 см³, приливают 150 см³ горячей воды и накрывают стакан часовым стеклом для предотвращения потерь от разбрызгивания. После выщелачивания плава тигель удаляют из стакана и обмывают его стенки горячей водой. Раствор с осадком кипятят в течение 5 мин и выдерживают в теплом месте в течение 20 мин до полной коагуляции гидроокиси железа. Отстоявшийся осадок отфильтровывают через фильтр с фильтробумажной массой и промывают осадок на фильтре 2—3 раза раствором едкого кали и один раз горячей водой. Осадок гидроокиси железа растворяют на фильтре в том же стакане, в котором происходило осаждение, в 30 см³ горячего раствора составного реагента. Фильтр промывают 5 раз горячей водой, подкисленной соляной кислотой. Полученный раствор разбавляют водой до 120 см³, добавляют 5 см³ раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до кипения, после чего устанавливают аммиаком pH 2—3 по универсальной индикаторной бумаге. Раствор вновь нагревают до 70—80 °С, добавляют 1—2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и титруют железо раствором трилона Б до перехода окраски раствора из красно-коричневой в лимонно-желтую.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. **Обработка результатов**

3.3.1. Массовую долю окиси железа (общего) (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100 \cdot K}{m},$$

где V — объем раствора трилона Б с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование окиси железа, см³;

T — титр раствора трилона Б, выраженный в г/см³ окиси железа;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83, п. 1.5;

m — масса навески пробы, г.

3.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси железа, %	Допускаемое расхождение, %
10,0	0,5
15,0	0,7
20,0	1,0
26,0	1,2

3.3.1; 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА (ОБЩЕГО) В ЛОПАРИТОВОМ КОНЦЕНТРАТЕ

Метод основан на реакции образования комплекса железа (II) с ортофенантролином, окрашенного в розовый цвет, и фотометрировании окраски раствора. Мешающие определению элементы (ниобий, тантал и др.) маскируют винной кислотой.

4.1. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру 800 °С.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

Чашки платиновые вместимостью 50 см³.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 1000 см³.

Микробюретка вместимостью 5 см³.

Пипетки из полиэтилена вместимостью 5 см³ с делением.

Пипетки вместимостью 5 и 10 см³ с делением.

Цилиндры мерные вместимостью 5 и 50 см³.

Бумага индикаторная универсальная.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, растворы с массовой концентрацией 60 г/дм³ и 150 г/дм³.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Ортофенантролин, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм³.

Квасцы железоаммонийные по НТД.

Раствор окиси железа (основной); готовят следующим образом: навеску железоаммонийных квасцов массой 0,6064 г растворяют в воде с добавлением 1—2 $см^3$ серной кислоты и разбавляют в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ водой до метки. 1 $см^3$ раствора содержит 0,1 мг окиси железа.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. **Проведение анализа**

4.2.1. Навеску пробы массой 0,1 г помещают в платиновую чашку, смачивают 1 $см^3$ воды, приливают 5 $см^3$ фтористоводородной кислоты и разлагают при умеренном нагревании. Приливают 5 $см^3$ раствора серной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают, а затем упаривают содержимое чашки на горячей плитке досуха. К остатку добавляют 3—5 г пиросернокислого калия и сплавляют при температуре 700 °С до получения прозрачного плава. Плав обрабатывают при нагревании 40 $см^3$ раствором винной кислоты с концентрацией 150 $г/дм^3$, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и разбавляют водой до метки. Отбирают аликвотную часть раствора объемом 5—10 $см^3$ (в зависимости от содержания окиси железа в пробе) и переводят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Раствор разбавляют до 10 $см^3$ раствором винной кислоты с массовой концентрацией 60 $г/дм^3$, приливают 5 $см^3$ раствора гидроксиламина и оставляют на 10 мин. Раствор нейтрализуют аммиаком до pH-6 по универсальной индикаторной бумаге, приливают 10 $см^3$ раствора ортофенантролина, доводят до метки водой, перемешивают и оставляют на 30 мин. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при ~500 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм **по отношению к раствору контрольного опыта, проведенного через** все стадии анализа.

Массу окиси железа находят по градуировочному графику.

4.2.2. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ приливают из микробюретки стандартный раствор окиси железа от 0,5 до 2,0 $см^3$ с интервалом в 0,25—0,5 $см^3$. В одну из колб стандартный раствор не вводят («нулевой» раствор). Затем в колбы приливают по 10 $см^3$ раствора винной кислоты с массовой концентрацией 60 $г/дм^3$, по 5 $см^3$ раствора гидроксиламина и оставляют на 10 мин. Раствор нейтрализуют аммиаком до pH 6 по универсальной индикаторной бумаге, приливают 10 $см^3$ раствора ортофенантролина, доводят объем раствора водой и оставляют на 30 мин. Измерение оптической плотности проводят, как указано в п. 4.2.1, по отношению к од-

новременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением раствора окиси железа.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам окиси железа строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. **Обработка результатов**

4.3.1. Массовую долю окиси железа (общего) (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot K \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса окиси железа, найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

K — коэффициент пересчета по ГОСТ 25702.0—83, п. 1.5;

m — масса навески пробы, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см^3;

1000 — коэффициент пересчета граммов на миллиграммы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля окиси железа, %	Допускаемое расхождение, %
0,5	0,1
1,0	0,2
2,0	0,4
3,0	0,5

gost.e-ecolog.ru