УДК 622.349.3-15:546.42.226.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Метод определения суммы редкоземельных элементов (РЗЭ)

Raremetallic concentrates.
Method for the determination
of sumof rare earths

ГОСТ 25702.10—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 № 3362 срок действия продлен до 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты и устанавливает комплексонометрический метод определения суммы редкоземельных элементов (РЗЭ) в иттросинхизитовом концентрате (при массовой доле от 3 до 15 %) и в лопаритовом концентрате (при массовой доле от 10 до 32 %).

Метод основан на прямом комплексонометрическом титровании РЗЭ при pH 5,4. В качестве комплексона используют диэтилентриаминпентауксусную кислоту, металлиндикатор — арсеназо III.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы аналитические.
Весы технические.
Плитка электрическая.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

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

gost.e-ecolog.ru

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

Чашки платиновые вместимостью 50 см³.

Бюретки вместимостью 2 и 5 см³.

Пипетки вместимостью 2 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Пипетки вместимостью 10, 20 и 50 см³ без делений.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 100 см³.

Стекла часовые.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

Бумага индикаторная универсальная.

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

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

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, раствор с молярной концентрацией 0,2 моль/дм³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Смесь соляной и азотной кислот «царская водка»

готовят смешиванием концентрированных кислот в соотношении 3:1.

Смесь кислот «борфтористоводородная»; готовят следующим образом: 280 см³ фтористоводородной кислоты смешивают с 130 г борной кислоты в полиэтиленовой посуде.

Кислота аскорбиновая медицинская.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, раствор с массовой концентрацией 250 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1 и 1:3.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, растворы с молярной концентрацией 1 моль/дм³ и массовой концентрацией 100 г/дм³.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор с молярной концентрацией 0,2 моль/дм³.

Уротропин по ГОСТ 1381—73, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм³.

Буферный раствор pH 5,4; готовят следующим образом: 14,5 см³ раствора уксусной кислоты с концентрацией 0,2 моль/дм³ смешивают с 85,5 см³ раствора уксуснокислого натрия с концентрацией 0,2 моль/дм³.

Арсеназо III, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³.

α-динитрофенол, раствор с массовой концентрацией 0,5 г/дм³.

Полиакриламид водный раствор с массовой концентрацией 2 г/дм³.

Раствор РЗЭ готовят из суммы РЗЭ, выделенной из иттросинхизитового или лопаритового концентратов, следующим образом; навеску суммы РЗЭ массой 100 мг, предварительно прокаленную при 800 °С, помещают в стакан, вместимостью 100 см³, смачивают 1—2 см³ воды и растворяют в 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, с добавлением 3—5 капель перекиси водорода при умеренном нагревании. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 1,0 мг суммы РЗЭ.

Кислота диэтилентриаминпентауксусная (ДТПА), раствор с молярной концентрацией 0,01 моль/дм³, готовят следующим образом: 4 г ДТПА помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 30 см³ теплого раствора гидроокиси натрия с концентрацией 1 моль/дм³. Раствор разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

Титр раствора комплексона ДТПА устанавливают по сумме РЗЭ, выделенной из иттросинхизитового или лопаритового концентрата, следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 см³ приливают 5 см³ раствора суммы РЗЭ, добавляют 1 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, 20—30 мг аскорбиновой кислоты и перемешивают. Приливают 4—6 капель раствора индикатора α-динитрофенола и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия (контроль по универсальной индикаторной бумаге), прибавляя его по каплям и перемешивая содержимое колбы. После появления слабой желтоватой окраски раствора, pH-4,5 (избыток щелочи нежелателен, при необходимости добавляют по каплям раствор сульфосалициловой кислоты), приливают 5 см³ буферного раствора и нагревают до ~90 °С. По охлаждении содержимое колбы разбавляют водой до 100—120 см³, приливают 3—5 капель раствора арсеназо III и титруют раствором комплексона ДТПА до фиксированного перехода зеленой окраски в фиолетовую.

Титр раствора комплексона ДТПА (T), выраженный в г/см³ суммы РЗЭ, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса навески суммы РЗЭ, г;

V — объем раствора комплексона, израсходованный на титрование, см³.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. **Анализ иттросинхизитового концентрата.**

Навеску пробы массой 0,2 г помещают в стакан вместимостью 100 см³, смачивают 2—3 см³ воды, приливают 10 см³ смеси кислот «царская водка», стакан накрывают часовым стеклом и растворяют при умеренном нагревании. После растворения основной массы пробы (объем содержимого стакана уменьшается примерно наполовину) приливают 1,5 см³ «борфтористоводородной» смеси кислот и 3 см³ серной кислоты. Содержимое стакана нагревают до полного удаления паров серной кислоты.

Сухой остаток смачивают 8—10 каплями перекиси водорода, приливают 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до кипения. Приливают 60—80 см³ воды и вновь нагревают до кипения. Горячий раствор нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1:3, до pH ~2 и введением раствора уротропина (энергичное перемешивание) доводят pH до 4—4,5 (универсальная индикаторная бумага).

3.2. **Анализ лопаритового концентрата.**

Навеску пробы массой 0,2 г помещают в платиновую чашку, смачивают 1—2 см³ воды, приливают 15 см³ фтористоводородной кислоты, 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1 и нагревают до появления густых паров серной кислоты. Чашку охлаждают, добавляют 5—10 капель концентрированной азотной кислоты, 2—3 см³ той же серной кислоты и упаривают до влажных солей. Содержимое чашки растворяют при нагревании в 15 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, раствор переводят в стакан вместимостью 100 см³, приливают 40 см³ воды и кипятят до растворения солей. Горячий раствор нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1:1, до pH ~1,5 и аммиаком, разбавленным 1:3 до pH=3,5—4 (контроль по универсальной индикаторной бумаге).

3.3. Осадок гидроокисей (п. 3.1, 3.2) коагулируют (умеренное нагревание раствора), добавляют по каплям 2 см³ раствора полиакриламида и флоккулируют осадок в течение 3—5 мин. Содержимое стакана охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Часть раствора фильтруют через сухую воронку в сухой стакан. **Аликвотную часть фильтрата объемом 10—50 см³** помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, 20—30 мг аскорбиновой кислоты и перемешивают. Приливают 4—6 капель раствора индикатора α-динитрофенола и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия с массовой концентрацией 100 г/дм³, прибавляя его

по каплям и перемешивая содержимое колбы. После появления желтоватой окраски, pH~4,5 (избыток щелочи нежелателен, при необходимости добавляют по каплям раствор сурьфосалициловой кислоты) приливают 5 см³ буферного раствора и нагревают до ~90 °С. По истечении 5—6 мин содержимое колбы разбавляют водой до 100—120 см³, прибавляют 3—5 капель раствора арсеназо III и титруют раствором комплексона ДТПА до фиксированного перехода зеленой окраски в фиолетовую.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю суммы РЗЭ (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

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

где T — титр раствора комплексона ДТПА, выраженный в мг/см³ суммы РЗЭ;

V — объем раствора комплексона ДТПА, израсходованный на титрование, см³;

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

m — масса навески пробы в аликвотной части титруемого раствора, мг.

4.2. Расхождения между результатами двух параллельных определений не должны превышать величин, указанных в таблице.

Массовая доля суммы редкоземельных элементов, %	Допускаемое расхождение, %
3,0	0,4
10,0	1,0
15,0	1,5
20,0	1,8
32,0	2,5

Разд 2—4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru