УДК 622.349.3-15:546.831-31.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Метод определения двуокиси циркония

ГОСТ 25702.17—83*

Raremetallic concentrates. Method for the determination of zirconium dioxide

ОКСТУ 1760

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 5 апреля 1983 г. № 1614 срок введения установлен

с 01.07.84

Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.88 № 3363 срок действия продлен до 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты и устанавливает комплексонометрический метод определения двуокиси циркония (при массовой доле от 75 до 98 %) в бадделеитовом и суммы двуокисей циркония и гафния (при массовой доле от 60 до 67 %) в цирконовом концентратах.

Метод основан на прямом комплексонометрическом титровании циркония раствором трилона Б в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм^3 в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования 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 с терморегулятором, обеспечивающая температуру до 1000 °С.

Ступка агатовая.

Тигли платиновые вместимостью 25 см³.

Тигли фарфоровые вместимостью 40 см³.

Тигли кварцевые вместимостью 40 см³.

Чашки платиновые вместимостью 50 см³.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см³.

Пипетки вместимостью 20, 25 и 50 см³ без делений.

Полумикробюретка вместимостью 10 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 200 и 300 см³.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор с молярной концентрацией 2 моль/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³.

Ксиленоловый оранжевый (индикатор), водный раствор с массовой концентрацией 5 г/дм³ (устойчив в течение недели) или индикаторная смесь; готовят следующим образом: 0,1 г ксиленолового оранжевого растирают в агатовой ступке с 10 г хлористого натрия или калия. Смесь хранят в герметически закрытой банке из темного стекла.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77.

Натрий тетраборнокислый, 10-водный (бура) по ГОСТ 4199—**—76, обезвоженный путем прокаливания при температуре 400—**—500 °С. Прокаленную буру растирают в фарфоровой ступке и хранят в герметически закрытой банке.

Натрий углекислый (безводный) по ГОСТ 83—79.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Смесь для сплавления, состоящая из трех массовых частей углекислого натрия и двух массовых частей прокаленной буры.

Олово двухлористое 2-водное по НТД, с концентрацией 100 г/дм³, готовят следующим образом: 10 г двухлористого олова растворяют при кипячении в 10 см³ соляной кислоты. Раствор разбавляют водой до 100 см³ и перемешивают.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—73.

Гафния двуокись.

Циркония двуокись, ос.ч.

Смесь № 1 для установки титра трилона Б при анализе цирконового концентрата готовят следующим образом: 9,82 г двуокиси циркония (предварительно прокаленной до постоянной массы при 900—1000 °С) помещают в агатовую ступку и тщательно растирают с 0,18 г двуокиси гафния (предварительно прокаленной до постоянной массы при 900—1000° С). Смесь хранят в герметически закрытой банке.

Хлорокись циркония.

Раствор двуокиси циркония (основной); готовят следующим образом: навеску хлорокиси циркония массой 13,1 г растворяют в 50—70 см³ соляной кислоты. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки той же кислотой.

1 см³ раствора содержит около 5 мг двуокиси циркония.

Точное содержание двуокиси циркония в полученном растворе устанавливают гравиметрическим методом. Для этого в стакан вместимостью 300 см³ помещают 20 см³ раствора двуокиси циркония, доливают водой до 100 см³, добавляют 2 г хлористого аммония, нагревают раствор до 70—80 °С и осаждают цирконий избытком аммиака. Раствор с осадком кипятят 2—3 мин, дают осадку скоагулироваться и фильтруют. Осадок промывают 3—4 раза раствором азотнокислого аммония с концентрацией 20 г/дм³, фильтр с осадком помещают во взвешенный платиновый тигель, озоляют и прокаливают до постоянной массы в муфельной печи при температуре 1000 °С.

Титр основного раствора двуокиси циркония *(T)* в г/см³ вычисляют по формуле

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

где m — масса осадка после прокаливания, г;

V — объем основного раствора двуокиси циркония, взятый для определения двуокиси циркония, см³.

Допускается готовить основной раствор из двуокиси циркония, ос. ч.

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 следующим образом: 18,6 г трилона Б растворяют в 200—250 см³ воды при нагревании, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Установка титра раствора трилона Б в условиях проведения анализа.

При анализе бадделеитового концентрата титр раствора трилона Б устанавливают по основному раствору двуокиси циркония по п. 3.3. Для титрования используют аликвотную часть основного раствора двуокиси циркония объемом 10—25 см³.

Титр раствора трилона Б (T_1), выраженный в г/см³ двуокиси циркония, вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{V_1 \cdot T}{V_2},$$

где V_1 — объем основного раствора двуокиси циркония, взятый для титрования, см³;

T — титр основного раствора двуокиси циркония, г/см³;

V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

При анализе цирконового концентрата титр раствора трилона Б устанавливают следующим образом: в пять платиновых чашек помещают по 0,07 г смеси № 1 и по 0,03 г двуокиси кремния, смешивают с 1,5 г смеси для сплавления и далее поступают как указано в пп. 3.1.1 и 3.3.

Титр раствора трилона Б (T_2), выраженный в г/см³ суммы двуокисей циркония и гафния, вычисляют по формуле

$$T_2 = \frac{m_2}{V_3},$$

где m_2 — масса навески смеси № 1, взятая для установки титра, г;

V_3 — средний объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Вскрытие бадделеитового концентрата проводят одним из следующих способов.

3.1.1. При вскрытии сплавлением со смесью углекислого натрия и буры навеску концентрата массой 0,1 г помещают в фарфоровый тигель и обжигают в муфельной печи при 500—600 °С в течение 20 мин. Содержимое тигля количественно переносят в платиновую чашку, смешивают с 3 г смеси для сплавления, чашку помещают в муфельную печь и сплавляют при 950—1000 °С в течение 5—7 мин до получения однородного плава. После окончания сплавления вращением чашки плав распределяют так, чтобы он застыл тонким слоем по стенкам чашки, и выщелачивают 60 см³ раствором соляной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм³.

Раствор переводят в коническую колбу вместимостью 200 см³, разбавляют той же кислотой до 100—150 см³ и перемешивают.

3.1.2. При вскрытии сплавлением с пиросернокислым калием навеску концентрата массой 0,1 г предварительно обжигают в фарфоровом или кварцевом тигле, как указано в п. 3.1.1, и далее сплавляют с 2 г пиросернокислого калия при 800 °С до получения однородной массы. Плав выщелачивают раствором соляной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм³ в стакан вместимостью 200 см³. Раствор нагревают до 50—60 °С и осаждают гидраты добавлением избытка аммиака. Осадок отфильтровывают, промывают 3—4 раза раствором хлористого аммония и смывают с фильтра обратно в стакан с помощью 60 см³ горячего раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм³. Содержимое стакана нагревают до растворения осадка. Раствор количественно переводят в коническую колбу вместимостью 200 см³, разбавляют раствором соляной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм³ до 100—150 см³ и перемешивают.

3.2. Вскрытие цирконового концентрата производят сплавлением со смесью углекислого натрия и буры. Навеску цирконового концентрата массой 0,1 г помещают в платиновую чашку, смешивают с 1,5 г смеси для сплавления и далее поступают как указано в п. 3.1.1.

3.1.1—3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Титрование циркония проводят в следующих условиях. Растворы, полученные по пп. 3.1 и 3.2, нагревают до кипения, восстанавливают железо (III) раствором двухлористого олова, приливая его по каплям до обесцвечивания анализируемого раствора, добавляют 2—3 капли раствора индикатора или около 0,1 г индикаторной смеси и титруют раствором трилона Б до резкого изменения малиново-розовой окраски в желтую. Титруемый раствор вновь нагревают до кипения, добавляют 1 каплю индикатора или около 0,01 г индикаторной смеси и при появлении розовой окраски титрование продолжают, приливая раствор трилона Б по каплям, до устойчивой желтой окраски. Окраску титруемого раствора сравнивают с окраской предварительно перетитрованного анализируемого раствора. (Совместно с двуокисью циркония оттитровывают примесь двуокиси гафния).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю двуокиси циркония (или массовую долю суммы двуокисей циркония и гафния) (X) в пересчете на сухое вещество в процентах вычисляют по формуле

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

где T — титр раствора трилона Б (T_1 — выраженный в г/см³ двуокиси циркония, или T_2 — выраженный в г/см³ суммы двуокисей циркония и гафния);

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

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

m — масса навески пробы, г.

4.2. Расхождения между наибольшим и наименьшим из результатов четырех параллельных определений не должны превышать величин, указанных в таблице.

Анализируемый концентрат	Массовая доля двуокиси циркония, %	Массовая доля суммы двуокисей циркония и гафния, %	Допускаемое расхождение между большим и меньшим из результатов четырех параллельных определений, %
Бадделеитовый концентрат	75,0	—	0,8
	85,0	—	0,9
	98,0	—	1,0
Цирконовый концентрат		60,0	0,6
		67,0	0,6

4.1; 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru