УДК 622.349.3-15:546.722-31.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КОНЦЕНТРАТЫ РЕДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ

Метод определения закисного железа

Raremetallic concentrates.
Method for the determination
of ferrous oxide

ГОСТ
25702.3—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 01.01.99

Настоящий стандарт распространяется на редкометаллические концентраты и устанавливает титриметрический метод определения закисного железа (при массовой доле от 30 до 35 %) в ильменитовом концентрате.

Метод основан на титровании железа (II) раствором марганцовокислого калия после разложения концентрата смесью серной и фтористоводородной кислот в атмосфере двуокиси углерода.

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.
Баня водяная.
Баллон с двуокисью углерода или аппарат Киппа.
Штатив.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

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

gost.e-ecolog.ru

Воронка коническая полиэтиленовая диаметром 90—100 мм (или стеклянная парафинированная).

Колбы мерные вместимостью 250 и 1000 см³.

Кристаллизатор.

Чашки платиновые вместимостью 150 см³.

Чашка фарфоровая вместимостью 200 см³.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 50 г/дм³, готовят на прокипяченной воде.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:2.

Кислота фтористоводородная (плавиковая кислота) по ГОСТ 10484—78.

Калий марганцовокислый, раствор с молярной концентрацией эквивалента, равной 0,1 моль/дм³ (в реакции окисления железа в кислой среде); готовят из фиксанала «стандарт-титр, 0,1 н раствор»; 1 см³ раствора соответствует 7,185 мг закиси железа.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Платиновую чашку диаметром около 80 мм помещают на водяную баню, над ней на штативе укрепляют опрокинутую полиэтиленовую или парафинированную изнутри стеклянную воронку большего, чем 80 мм, диаметра, конец которой при помощи каучуковой трубки соединяют с источником углекислого газа. Воронку располагают так, чтобы она на $^1/_3$ опускалась ниже края платиновой чашки.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску пробы массой 0,1 г помещают в платиновую чашку, смачивают несколькими каплями воды, приливают 20 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1:2, и 5 –7 см³ фтористоводородной кислоты. На чашку быстро опускают воронку и нагревают чашку на водяной бане в атмосфере двуокиси углерода в течение 20—30 мин. По окончании разложения навески пробы платиновую чашку переносят в кристаллизатор или в чашку с холодной водой и охлаждают, не прерывая тока двуокиси углерода. Содержимое чашки разбавляют в 100—120 см³ холодной предварительно прокипяченной дистиллированной воды, приливают 10 см³ раствора борной кислоты и немедленно титруют железо раствором марганцовокислого калия до появления неисчезающей в течение 30 с слабо-розовой окраски.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю закиси железа (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 марганцовокислого калия с молярной концентрацией эквивалента 1 моль/дм³ (в реакции окисления железа в кислой среде);

V — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см³;

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

m — масса навески пробы, г.

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

Массовая доля закиси железа, %	Допускаемое расхождение, %
30,0	0,9
35,0	1,1

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

gost.e-ecolog.ru