

**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):

комплексометрический в ильменитовом (при массовой доле от 25 до 55 %) и ниобиевом (пироклоровом) (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. КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ 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).

**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 см<sup>3</sup>.Бюретка вместимостью 25 см<sup>3</sup>.Колбы конические вместимостью 300 см<sup>3</sup>.Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 200 см<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup>.

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

Аммоний виннокислый по ГОСТ 4951—79, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.

Калий пиросерникоксидный 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/дм<sup>3</sup>, готовят из фиксана «стандарт-титр, 0,1 н. раствор».1 см<sup>3</sup> 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 пиросерникоксидного 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 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, добавляют

3 капли азотной кислоты, нагревают раствор до 60 °С и приливают ~25 см<sup>3</sup> аммиака до появления мути, которую затем растворяют добавлением нескольких капель концентрированной соляной кислоты, и 5 см<sup>3</sup> раствора виннокислого аммония. Приливают воды до 150 см<sup>3</sup>, устанавливают аммиаком рН 2—3 по универсальной индикаторной бумаге, нагревают раствор до 70—80 °С, приливают 1—2 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

$T$  — титр раствора трилона Б с молярной концентрацией 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, выраженный в г/см<sup>3</sup> 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. КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА (ОБЩЕГО) В НИОБИЕВОМ (ПИРОХЛОРОВОМ) КОНЦЕНТРАТЕ

Метод основан на прямом титровании железа раствором трилона Б при рН 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 см<sup>3</sup>.Тигли из стеклоуглерода вместимостью 50 см<sup>3</sup>.Колбы мерные вместимостью 500 см<sup>3</sup>.Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 300 см<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний виннокислый по ИТД, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80 и раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>.Раствор составного реагента; готовят следующим образом: к 200 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:2, приливают 100 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> готовят из фиксана «стандарт-титр, 0,1 н. раствор».1 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> (Т), выраженный в г/см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

(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 см<sup>3</sup>, приливают 150 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> горячего раствора составного реагента. Фильтр промывают 5 раз горячей водой, подкисленной соляной кислотой. Полученный раствор разбавляют водой до 120 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до кипения, после чего устанавливают аммиаком рН 2—3 по универсальной индикаторной бумаге. Раствор вновь нагревают до 70—80 °С, добавляют 1—2 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование окиси железа, см<sup>3</sup>;

$T$  — титр раствора трилона Б, выраженный в г/см<sup>3</sup> 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.

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.

Электронечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру 800 °С.

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

Чашки платиновые вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Колбы мерные вместимостью 50, 100 и 1000 см<sup>3</sup>.

Микробюретка вместимостью 5 см<sup>3</sup>.

Пипетки из полиэтилена вместимостью 5 см<sup>3</sup> с делением.

Пипетки вместимостью 5 и 10 см<sup>3</sup> с делением.

Цилиндры мерные вместимостью 5 и 50 см<sup>3</sup>.

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/дм<sup>3</sup> и 150 г/дм<sup>3</sup>.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм<sup>3</sup>.

Калий пироксернокислый по ГОСТ 7172—76.

Ортофенантролин, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup> серной кислоты и разбавляют в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> водой до метки. 1 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> воды, приливают 5 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и разлагают при умеренном нагревании. Приливают 5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают, а затем упаривают содержимое чашки на горячей плитке досуха. К остатку добавляют 3—5 г пиросерникового калия и сплавляют при температуре 700 °С до получения прозрачного плава. Плав обрабатывают при нагревании 40 см<sup>3</sup> раствором винной кислоты с концентрацией 150 г/дм<sup>3</sup>, раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и разбавляют водой до метки. Отбирают аликвотную часть раствора объемом 5—10 см<sup>3</sup> (в зависимости от содержания окиси железа в пробе) и переводят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Раствор разбавляют до 10 см<sup>3</sup> раствором винной кислоты с массовой концентрацией 60 г/дм<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора гидроксилamina и оставляют на 10 мин. Раствор нейтрализуют аммиаком до pH 6 по универсальной индикаторной бумаге, приливают 10 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> приливают из микробюретки стандартный раствор окиси железа от 0,5 до 2,0 см<sup>3</sup> с интервалом в 0,25—0,5 см<sup>3</sup>. В одну из колб стандартный раствор не вводят («нулевой» раствор). Затем в колбы приливают по 10 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты с массовой концентрацией 60 г/дм<sup>3</sup>, по 5 см<sup>3</sup> раствора гидроксилamina и оставляют на 10 мин. Раствор нейтрализуют аммиаком до pH 6 по универсальной индикаторной бумаге, приливают 10 см<sup>3</sup> 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

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

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

$V$  — объем анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$K$  — 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<sup>3</sup>;

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