

**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).

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

Колбы мерные вместимостью 250 и 1000 см<sup>3</sup>.

Кристаллизатор.

Чашки платиновые вместимостью 150 см<sup>3</sup>.

Чашка фарфоровая вместимостью 200 см<sup>3</sup>.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>, 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/дм<sup>3</sup> (в реакции окисления железа в кислой среде); готовят из фиксанала «стандарт-титр, 0,1 н раствор»; 1 см<sup>3</sup> 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  $\frac{1}{2}$  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 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, разбавленной 1:2, и 5—7 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты. Из чашки 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 см<sup>3</sup> холодной предварительно прокипяченной дистиллированной воды, приливают 10 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> (в реакции окисления железа в кислой среде);

$V$  — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$K$  — 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).