



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР**

---

**РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ  
ТИПА ЖЕЛЕЗИСТЫХ КВАРЦИТОВ**

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА МАГНЕТИТА**

**ГОСТ 16589—86**

**Издание официальное**

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва**

**РАЗРАБОТАН Министерством черной металлургии СССР**

**ИСПОЛНИТЕЛИ**

**В. А. Арсентьев, В. П. Маковей, Ю. Л. Грицай, М. И. Попова, (руководитель темы), Д. В. Перлин, Н. А. Тихонова**

**ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР**

**Зам. министра В. Г. Антипин**

**УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 сентября 1986 г. № 2837**

**РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ ТИПА ЖЕЛЕЗИСТЫХ  
КВАРЦИТОВ****Метод определения железа магнетита**

Iron ores of iron quartzite type.  
Method for determination of magnetite iron

**ГОСТ  
16589—86**

Взамен  
ГОСТ 16589—71

ОКСТУ 0709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 сентября 1986 г. № 2837 срок действия установлен

с 01.01.88  
до 01.01.93

**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на железные руды типа железистых кварцитов (неокисленных и слабоокисленных), продукты их обогащения и устанавливает методы определения железа магнетита при массовой доле его более 1%.

Метод основан на количественном выделении магнитной фракции из навески пробы железной руды, концентрата, хвостов обогащения с последующим отделением магнетита от минералов, содержащих двухвалентное железо (в виде карбонатных, силикатных соединений), металлического железа, внесенного при подготовке проб, обработкой магнитной фракции раствором азотной кислоты с молярной концентрацией 0,3 моль/дм<sup>3</sup> и титровании двухвалентного железа магнетита раствором двуххромовокислого калия в присутствии индикатора дифениламиносульфоната натрия. Влияние пирротина устраняют селективным растворением его перекисью водорода.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Пробу отбирают, подготавливают по ГОСТ 15054—80 и доизмельчают до крупности не более 0,1 мм.

1.2. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23581.0—80.

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

шкаф сушильный с электрообогревом и терморегулятором;

магнит ручной с напряженностью поля 1300—1500 Э;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1 : 1;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1 : 1;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77, раствор с молярной концентрацией 0,3 моль/дм<sup>3</sup>;

перекись водорода по ГОСТ 10929—76;

натрий двууглекислый по ГОСТ 4201—79;

смесь кислот: к 800 см<sup>3</sup> воды приливают 100 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавленной 1 : 1, затем 50 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты;

дифениламин-4 сульфокислоты натриевая соль (дифениламиносульфат натрия) индикатор, раствор 0,8 г/дм<sup>3</sup> : 0,08 г дифениламиносульфоната натрия растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды;

калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75. Если двухромовокислый калий имеет квалификацию «ч. д. а», его необходимо перекристаллизовать следующим образом: 100 г двухромовокислого калия растворяют в 150 см<sup>3</sup> воды при нагревании до кипения. Энергично размешивая, раствор вливают тонкой струей в фарфоровую чашку для получения мелких кристаллов. Охлаждают раствор ледяной водой и выпавшие кристаллы отфильтровывают с отсасыванием на воронке с пористой стеклянной пластинкой, сушат 2—3 ч при температуре 100—105°С, растирают в порошок и окончательно высушивают при 180—200°С в течение 10—12 ч;

титрованные растворы двухромовокислого калия: 4,3898 г (раствор А) или 1,7560 г (раствор Б) двухромовокислого калия, высушенного при 180—200°С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup> и растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А соответствует 0,005 г железа;

1 см<sup>3</sup> раствора Б соответствует 0,002 г железа.

Массовую концентрацию рабочих растворов двухромовокислого калия можно определить по стандартным образцам. Для этого берут навеску соответствующего стандартного образца и проводят определение по п. 3 ГОСТ 23581.18—81.

Массовую концентрацию (С) в граммах на кубический сантиметр рабочего раствора двухромовокислого калия по железу вычисляют по формуле

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

где X — массовая доля железа в процентах в стандартном образце;

m — масса навески стандартного образца, г;

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

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Определение железа магнетита при содержании пирротина не более 1%

3.1.1. Навеску руды, концентрата, хвостов обогащения массой 1 г при массовой доле железа магнетита до 5%, 0,5 г при массовой доле более 5%, измельченных до крупности не более 0,1 мм, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 30—40 см<sup>3</sup> воды, подносят к дну колбы магнит и круговым движением тщательно перемешивают содержимое колбы. После отстаивания в течение 2—3 ч, не отрывая магнит от дна колбы, сливают немагнитную фракцию в стакан. Магнитную фракцию промывают до получения прозрачной промывной воды. Немагнитную фракцию подвергают не менее, чем двукратной перечистке до полного извлечения магнетита, который присоединяют к основной части магнитной фракции. Воду из колбы сливают, удерживая магнитную фракцию на дне магнитом.

3.1.2. К магнитной фракции приливают 50 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и ставят колбу на кипящую водяную баню, периодически перемешивая ее содержимое. Через 30 мин колбу снимают, раствор сливают в стакан, удерживая магнетит на дне колбы магнитом. Затем магнетит промывают 3—4 раза 25 см<sup>3</sup> воды для удаления азотной кислоты.

3.1.3. В колбу добавляют 2 г двууглекислого натрия, приливают 25 см<sup>3</sup> разбавленной соляной кислоты, закрывают пробкой, в которую вставлена стеклянная трубка с оттянутым концом или клапаном Бунзена, и кипятят до растворения магнетита (5—7 мин), не допуская прекращения кипения во избежание попадания воздуха в колбу.

3.1.4. После растворения колбу снимают с плиты, удаляют пробку, обмыв ее водой, быстро приливают 100 см<sup>3</sup> смеси кислот и перемешивают. После охлаждения раствора в колбу добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора дифениламиносульфоната натрия и титруют раствором двуххромовокислого калия до появления темно-фиолетовой окраски, устойчивой в течение нескольких секунд. При массовой доле железа магнетита в анализируемом материале до 20% для титрования берут раствор Б, при массовой доле железа магнетита более 20% — раствор А. Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

3.2. Определение железа магнетита при содержании пирротина более 1%

3.2.1. К выделенной магнитной фракции (п. 3.1.1) приливают 25 см<sup>3</sup> перекиси водорода, 1 см<sup>3</sup> разбавленной серной кислоты и перемешивают при комнатной температуре в течение 60 мин. Раствор сливают в стакан, удерживая магнитную фракцию на дне колбы магнитом и промывают ее 3—4 раза 25 см<sup>3</sup> воды для удаления перекиси водорода.

3.2.2. К магнитной фракции приливают 50 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и далее продолжают анализ, как указано в п. 3.1.2.

#### Примечания.

1. Из навески концентрата, содержащего железа магнетита более 60% магнитную фракцию можно не выделять.

Исходную навеску помещают в колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и далее поступают, как указано в п. 3.1.2.

При наличии в концентрате пирротина более 1% навеску предварительно обрабатывают перекисью водорода, как указано в п. 3.2.1, а затем азотной кислотой, как указано в п. 3.1.2.

2. Допускается применение механизированных средств выделения магнитной фракции при условии соблюдения установленных стандартом допустимых расхождений, указанных в таблице.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю двухвалентного железа магнетита ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C(V_1 - V_2) \cdot 100}{m_1},$$

где  $C$  — массовая концентрация раствора двуххромовокислого калия по железу, г/см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем раствора двуххромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$m_1$  — масса навески, г.

4.2. Массовую долю двухвалентного железа магнетита пересчитывают на общее железо ( $X_2$ ) в процентах по формуле

$$X_2 = X_1 \cdot K,$$

где  $K$  — отношение общего железа к двухвалентному в магнетите.

Примечание. В магнетитах железистых кварцитов К-3.

4.3. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля железа магнетита, %	Допускаемые расхождения, %
До 2	0,3
Св. 2 » 5	0,4
» 5 » 15	0,6
» 15 » 30	0,7
» 30 » 50	0,8
» 50	0,9

Редактор *А. А. Зимовнова*  
Технический редактор *М. И. Максимова*  
Корректор *Б. А. Мурадов*

Сдано в наб. 18.10.86 Подп. в печ. 25.11.86 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,31 уч.-изд. л.  
Тир. 6000 Цена 3 коп.

---

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 2783