УДК 622.361.2.001.4:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАОЛИН ОБОГАЩЕННЫЙ

Методы определения оксида железа (III)

Concentrated kaolin.
Methods for determination of ferric oxide (III)

ГОСТ 19609.1—89

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.91
до 01.01.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на обогащенный каолин и устанавливает фотометрический и комплексонометрический методы определения оксида железа (III).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам определения оксида железа (III) — по ГОСТ 19609.0.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА С ИНДИКАТОРОМ О-ФЕНАНТРОЛИНОМ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА ДО 2 %)

2.1. **Сущность метода**

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения двухвалентного железа с о-фенантролином. Трехвалентное железо предварительно восстанавливают аскорбиновой кислотой.

2.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Электропечь сопротивления камерная, обеспечивающая нагрев до 1100 °С.

Весы лабораторные 2-го класса точности с погрешностью взвешивания не более 0,0005 г по ГОСТ 24104.

Тигли платиновые с крышками по ГОСТ 6563.

Фотоэлектроколориметр по ГОСТ 12083.

Калий-натрий углекислый по ГОСТ 4332.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199.

gost.e-ecolog.ru

Смесь для сплавления, приготовленная тщательным растиранием четырех частей калия-натрия углекислого и одной части натрия тетраборнокислого.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 1:1 и 0,1 моль/дм^3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота аскорбиновая, раствор концентрации 10 г/дм^3.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор концентрации 70 г/дм^3.

О-фенантролин, раствор концентрации 2,5 г/дм^3 в 0,1 моль/дм^3 растворе соляной кислоты.

Железа оксид (III).

Стандартные растворы железа оксида (III):

раствор А: 2 г оксида железа (III), высушенного при 105—110 °С, помещают в колбу вместимостью 250 см^3, приливают 100 см^3 разбавленной 1:1 соляной кислоты, нагревают на водяной бане до полного растворения, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора А содержит 2 мг оксида железа (III);

раствор Б: отбирают пипеткой 10 см^3 раствора А в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора Б содержит 0,02 мг оксида железа (III).

2.3. **Подготовка к анализу**

2.3.1. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 отмеряют бюреткой 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 и 15,0 см^3 стандартного раствора Б, доливают раствором контрольного опыта до 25 см^3, приливают по 2 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, по 5 см^3 о-фенантролина, доливают до метки раствором уксуснокислого натрия и перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, применяя синий светофильтр с областью светопропускания 400—500 нм в кювете с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя раствора 10 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор, не содержащий оксида железа.

Градуировочный график строят по п. 11 ГОСТ 19609.0.

2.4. **Проведение анализа**

2.4.1. Навеску каолина массой 0,2 г помещают в платиновый тигель, прибавляют 2,0—2,5 г смеси для сплавления, тщательно перемешивают и сплавляют при 850—1000 °С в течение 10—15 мин. Плав растворяют в 60 см^3 разбавленной 1:1 соляной кислоте и добавляют 1 см^3 азотной кислоты. Раствор кипятят в течение 5 мин, охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Раствор доливают до метки водой (основной раствор).

От основного раствора отбирают аликвотную часть 25 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³ при ожидаемой массовой доле оксида железа (III) менее 1 %.

При массовой доле оксида железа (III) свыше 1 % аликвотная часть уменьшается до 10 см³, но в этом случае необходимо доливать раствором контрольного опыта до объема 25 см³. Затем приливают 2 см³ аскорбиновой кислоты и 5 см³ о-фенантролина. Доливают раствором уксуснокислого натрия до метки и перемешивают.

Далее измеряют оптическую плотность раствора, как указано в п. 2.3.1.

По величине оптической плотности и по градуировочному графику определяют массу оксида железа (III) в миллиграммах.

2.5. **Обработка результатов**

2.5.1. Массовую долю оксида железа (III) ($X_{Fe_2O_3}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Fe_2O_3} = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса оксида железа (III), найденная по градуировочному графику, мг

V — объем основного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части основного раствора, см³;

m — масса навески каолина, г.

2.5.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,05 % при массовой доле оксида железа (III) до 1,00 % и 0,10 % — при массовой доле свыше 1,00 %.

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА (III) С СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ (ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА (III) ДО 2 %)

3.1. **Сущность метода**

Метод основан на образовании в аммиачной среде окрашенного комплекса трисульфосалицилата железа при использовании сульфосалициловой кислоты в качестве комплексообразователя.

3.2. **Реактивы и растворы**

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор концентрации 300 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Стандартный раствор Б оксида железа (III), приготовленный по п. 2.2.

Основной раствор, приготовленный по п. 2.4.1.

3.3. **Подготовка к анализу**

3.3.1. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ отмеряют бюреткой 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 10,0, 12,0 и 15,0 см³ стандартного раствора Б. В каждую колбу приливают по 10 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, аммиак до появления устойчивой желтой окраски раствора и 5 см³ в избыток. Раствор охлаждают, доливают до метки водой, перемешивают и в случае образования осадка фильтруют через сухой фильтр «красная лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя синий светофильтр с областью светопропускания 400—450 нм в кювете с оптимальной толщиной поглощающего свет слоя раствора 20—30 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор, не содержащий оксида железа (III).

Градуировочный график строят по п. 11 ГОСТ 19609.0.

3.4. **Проведение анализа**

3.4.1. От основного раствора отбирают аликвотную часть 10—25 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ сульфосалициловой кислоты, аммиак до появления устойчивой желтой окраски раствора и 5 см³ в избыток. Раствор охлаждают, доливают водой до метки, перемешивают и в случае образования осадка фильтруют через сухой фильтр «красная лента», отбрасывая первые порции фильтрата.

Далее измеряют оптическую плотность раствора, как указано в п. 3.3.1.

По величине оптической плотности по градуировочному графику определяют массу оксида железа (III) в миллиграммах.

3.5. **Обработка результатов**

3.5.1. Массовую долю оксида железа (III) ($X_{Fe_2O_3}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Fe_2O_3} = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса оксида железа (III), найденная по градуировочному графику, мг;

V — объем основного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части основного раствора, см³;

m — масса навески каолина, г.

3.5.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,05 % при массовой доле оксида железа (III) до 1,00 % и 0,10 % — при массовой доле свыше 1,00 %.

4. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании бесцветного комплекса трилона Б с ионами железа при pH 1 в присутствии сульфосалициловой кислоты в качестве индикатора.

4.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации 1 моль/дм³.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор концентрации 100 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Стандартный раствор А оксида железа (III), содержащий в 1 см³ 2 мг оксида железа (III), приготовленный по п. 2.2.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор концентрации 0,025 моль/дм³, приготовленный следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в воде, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают до метки водой.

Массовую концентрацию трилона Б по оксиду железа (III) устанавливают по стандартному раствору А оксида железа (III). Для этого в три конические колбы вместимостью по 250 см³ отбирают по 10 см³ стандартного раствора, приливают по 50 см³ воды, по 0,3—0,5 см³ сульфосалициловой кислоты и по каплям разбавленный аммиак до начала изменения окраски раствора из фиолетовой в оранжевую и сразу 5 см³ 1 моль/дм³ раствора соляной кислоты. Раствор нагревают до 60—70 °С и титруют раствором трилона Б до исчезновения фиолетового окрашивания.

Массовую концентрацию 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б (C) по оксиду железа (III) в граммах на сантиметр кубический вычисляют по формуле

$$C = \frac{V \cdot C_1}{V_1},$$

где V — объем стандартного раствора оксида железа (III), взятый для титрования, см³;

C_1 — массовая концентрация раствора оксида железа (III), г/см³;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

Допускается применение трилона Б, приготовленного из стандарт-титра, который растворяют в колбе вместимостью 2 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. От основного раствора (п. 2.4.1) отбирают аликвотную часть 50 см³ в колбу вместимостью 250 см³. Приливают 0,3—0,5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и по каплям разбавленный аммиак до начала изменения окраски раствора из фиолетовой в оранжевую, сразу же приливают 5 см³ 1 моль/дм³ раствора соляной кислоты.

Раствор нагревают до 60—70 °С и титруют раствором трилона Б до исчезновения фиолетового окрашивания.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю оксида железа (III) ($X_{Fe_2O_3}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{Fe_2O_3} = \frac{C \cdot V_1 \cdot V \cdot 100}{V_2 \cdot m},$$

где C — массовая концентрация раствора трилона Б по оксиду железа (III), г/см³;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

V — объем основного раствора, см³;

V_2 — объем аликвотной части основного раствора, см³;

m — масса навески каолина, г.

4.4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,2 %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством промышленности строительных материалов СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы)

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.03.89 № 485

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 19609.1—79

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 199—78	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 4.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 4199—76	2.2
ГОСТ 4332—76	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2
ГОСТ 4478—78	3.2, 4.2
ГОСТ 6563—75	2.2
ГОСТ 10652—73	4.2
ГОСТ 12083—78	2.2
ГОСТ 19609.0—89	2.3.1
ГОСТ 24104—80	1, 3.3.1 2.2

gost.e-ecolog.ru