МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СИЛИКОКАЛЬЦИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

БЗ 10—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15'782.9'891—198:546.72.06:006.354 Группа В19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СИЛИКОКАЛЬЦИЙ

Метод определения содержания железа

Silicocalcium. Method for the determination of iron content

ГОСТ 14858.5—81

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.82

Настоящий стандарт устанавливает объемный метод определения содержания железа при его массовой доле в силикокальции от 2,0 до 40,0 %.

Метод основан на растворении пробы в кислотах, восстановлении трехвалентного железа до двухвалентного в солянокислой среде двухлористым оловом и титровании его раствором двухромовокислого калия в присутствии индикатора дифениламиносульфата натрия.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1962—79.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с максимальным размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 25207.

1.1, 1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:5.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Смесь кислот: к 3,5 дм^3 холодной воды осторожно добавляют 1250 см^3 серной кислоты и, после охлаждения раствора, приливают 250 см^3 фосфорной кислоты.

Олово по ГОСТ 860.

Олово (II) хлористое, свежеприготовленный раствор 10 г/дм^3: 10 г хлористого олова ($SnCl_2 \cdot 2H_2O$) растворяют, нагревая в 30 см^3 соляной кислоты, добавляют 70 см^3 воды, перемешивают и добавляют несколько гранул металлического олова.

Ртуть (II) хлористая, раствор 0,5 г/дм^3.

Натрия дифениламиносульфонат, раствор 0,5 г/дм^3, индикатор.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, перекристаллизованный: 100 г двухромовокислого калия растворяют в 150 см^3 воды и нагревают до кипения. Полученный раствор переливают, перемешивая, в фарфоровую чашку и охлаждают до температуры от 5 до 7 °С. Кристаллическую соль фильтруют на пористую пластину стеклянного тигля и высушивают 2—3 ч при температуре 100—105 °С. После этого кристаллы измельчают и далее высушивают при температуре 170 °С в течение 10—12 ч.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1981
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Калий двухромовокислый, титрованный раствор: 2,6339 г перекристаллизованного двухромовокислого калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора двухромовокислого калия соответствует 0,003 г железа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску силикокальция массой 0,5 г при массовой доле железа от 2,0 до 20,0 % или 0,3 г при массовой доле железа свыше 20,0 % помещают в платиновую чашку, добавляют 30 см³ воды и осторожно, небольшими порциями, прибавляют 10 см³ азотной кислоты. Содержимое чашки перемешивают и прибавляют по каплям раствор фтористоводородной кислоты до полного растворения пробы и добавляют еще 5 см³ в избыток.

Чашку с раствором помещают на нагретую плиту и выпаривают раствор до объема около 10 см³. Ополаскивают стенки чашки 10 см³ серной кислоты (1:5) и раствор выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты.

К сухому остатку прибавляют 30 см³ соляной кислоты, 15 см³ воды и нагревают до растворения солей.

Раствор (не обращая внимания на осадок сернокислого кальция) переносят из чашки в коническую колбу вместимостью 500 см³, ополаскивая чашку небольшим количеством соляной кислоты, а затем водой.

Раствор в колбе выпаривают до объема 30—50 см³ и восстанавливают железо, прибавляя по каплям раствор хлористого олова до исчезновения желтой окраски, добавляют еще 1—2 капли в избыток. К раствору добавляют 100 см³ холодной воды, 50 см³ раствора хлористой ртути и охлаждают в струе холодной воды. Затем добавляют 25 см³ смеси кислот, 10 капель раствора индикатора и титруют раствором двухромовокислого калия до появления сине-фиолетовой окраски раствора, неисчезающей в течение 1 мин.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю железа (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}003 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора пробы, см³;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

0,003 — массовая концентрация раствора двухромовокислого калия, выраженная в г/см³ железа;

m — масса навески, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли железа приведены в таблице.

Массовая доля железа, %	Погрешность результатов Δ, %	Допускаемое расхождение, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 2 до 5 включ.	0,11	0,14	0,11	0,14	0,07
Св. 5 » 10 »	0,2	0,2	0,2	0,2	0,1
» 10 » 20 »	0,2	0,3	0,2	0,3	0,1
» 20 » 40 »	0,3	0,4	0,3	0,4	0,2

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В.Г. Мизин, В.Л. Зуева, П.Ф. Агафонов, Е.М. Познякова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартизации от 21.02.81 № 969**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 14858.5—69**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 860—75	2	ГОСТ 6552—80	2
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 25207—85	1.2
ГОСТ 4220—75	2	ГОСТ 28473—90	1.1
ГОСТ 4461—77	2		

5. **Постановлением Госстандарта от 02.10.91 № 1579 снято ограничение срока действия**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (апрель 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1985 г., октябре 1991 г. (ИУС 4—86, 12—91)**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 21.04.99. Подписано в печать 18.05.99. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,37. Тираж 213 экз. С2838. Зак. 419.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru