УДК 622.349.21 : 546.723—31.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БОКСИТ

Методы определения оксида железа (III)

Bauxite. Methods for the determination of iron oxide (III)

ГОСТ 14657.4—78

ОКСТУ 1711

Срок действия с 01.07.79
до 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает объемные и дифференциальный фотометрический методы определения железа (общего) в пересчете на оксид железа (III) при массовой доле от 1 до 30%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 14657.0—78.

2. ОБЪЕМНЫЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на комплексонометрическом определении окиси железа с сульфосалициловой кислотой в качестве индикатора; pH раствора, равное 1,4, устанавливают добавлением раствора уксуснокислого натрия.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

pH-метр типа pH-340 или аналогичный.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го и 4-го классов точности.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор с молярной концентрацией 2 моль/дм^3.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, раствор с массовой долей 20%.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

Железо в виде проволоки или карбонильное по ГОСТ 13610—79.

Стандартный раствор железа, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³; готовят следующим образом: 2,7925 г железа растворяют в 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. В конце растворения приливают 1—2 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, для окисления железа и выпаривают до влажных солей. Соли растворяют в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. При необходимости титр раствора может быть проверен по бихромату калия.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³; готовят следующим образом: 18,61 г трилона Б растворяют в воде. Если раствор мутный, его фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³, затем разбавляют водой до метки и перемешивают. Для определения поправочного коэффициента раствора с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ трилона Б по стандартному раствору железа отбирают из бюретки 20 см³ раствора железа в стакан вместимостью 300 см³, разбавляют дистиллированной водой примерно до объема 200 см³ и устанавливают pH 1,4 по pH-метру раствором ацетата натрия.

Обмывают электроды небольшим количеством дистиллированной воды, переводят раствор в коническую колбу вместимостью 500 см³, нагревают до 40—50°С, добавляют 1—2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и титруют раствором с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ трилона Б до перехода окраски из красно-фиолетовой в лимонно-желтую.

Поправочный коэффициент раствора с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ трилона Б(K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_1}{V},$$

где V_1 — объем стандартного раствора с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ железа, см³;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование раствора железа, см³.

Допускается готовить раствор трилона Б из фиксанала.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Проведение анализа

2.2.1. От раствора после определения диоксида кремния гравиметрическим или фотоколориметрическим методом по ГОСТ 14657.2—78 отбирают аликвотную часть 100 см³ в стакан вмести-

мостью 300 см³, добавляют 0,5—1 см³ азотной кислоты и нагревают до кипения. Затем раствор охлаждают, разбавляют дистиллированной водой примерно до 200 см³ и устанавливают pH приблизительно 1,4 по pH-метру раствором ацетата уксуснокислого натрия.

Обмывают электроды небольшим количеством дистиллированной воды, переводят раствор в коническую колбу вместимостью 500 см³, нагревают до 40—50°С, добавляют 1—2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и титруют раствором с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ трилона Б до перехода окраски из красно-фиолетовой в лимонно-желтую. В конце титрование производят медленно, перемешивая раствор после добавления каждой капли трилона Б.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0{,}003992 \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot m},$$

где V — объем раствора с массовой концентрацией 0,05 моль/дм³ трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

K — поправочный коэффициент раствора трилона Б;

0,003992 — титр раствора с молярной концентрацией 0,05 моль/дм³ трилона Б, вычисленный по оксиду железа;

V_1 — общий объем раствора, см³;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески боксита, г.

2.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля оксида железа в боксите, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	сходимости	воспроизводимости
От 1,0 до 10,0 включ.	0,2	0,3
Св. 10,0 » 20,0 »	0,3	0,4
» 20,0 » 30,0 »	0,4	0,5

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ОБЪЕМНЫЙ ТИТАНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на восстановлении трехвалентного железа треххлористым титаном до двухвалентного. В качестве индикатора применяют раствор роданистого аммония.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Установка с титрованием раствором треххлористого титана (см. чертеж).

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го класса точности.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и 1:3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:2.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с массовой долей 1%.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм^3.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Олово двухлористое, раствор с массовой долей 10%.

Цинк металлический по ГОСТ 3640—79.

Ртуть хлорная (сулема), насыщенный раствор.

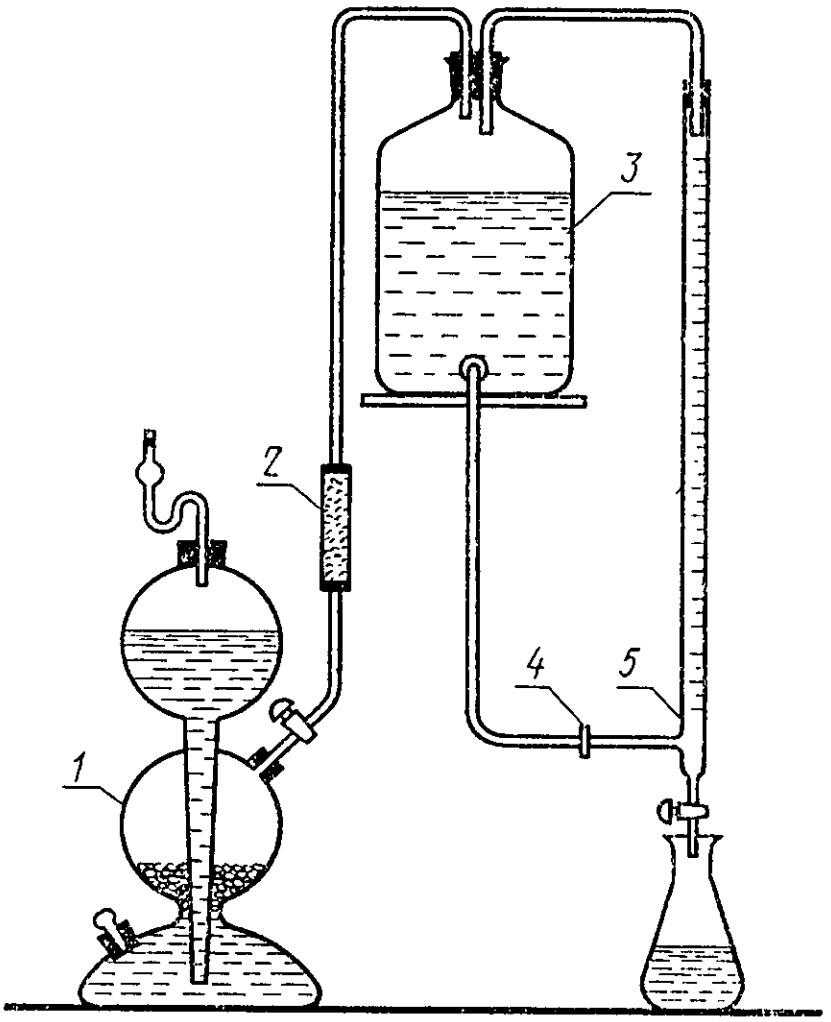
Аммоний роданистый по ГОСТ 27067—86, раствор с массовой долей 10%.

Дифениламинсульфонат натрия или бария, раствор с массовой долей 0,05%.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74.

Стандартный раствор хлорного железа с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм^3; готовят следующим образом: 13,5 г хлорного железа помещают в стакан, добавляют 200—300 см^3 воды и 10 см^3 концентрированной соляной кислоты. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, обмывают стенки стакана и промывают фильтр 3—4 раза водой. Доливают раствор водой до метки и тщательно перемешивают.

Для определения титра раствора хлорного железа с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм^3 отбирают из бюретки 20 см^3 раствора хлорного железа в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 10 см^3 соляной кислоты, нагревают раствор почти до кипения и по каплям, при непрерывном перемешивании, приливают раствор двухлористого олова до полного обесцвечивания раствора. Избыток двухлористого олова допускается не более 1—2 капель. Раствор охлаждают до комнатной температуры и приливают к нему 3 см^3 раствора хлорной ртути. Через 5 мин разбавляют раствор до 150 см^3 водой, приливают 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, 5 см^3 ортофосфорной кислоты, 3—5 капель дифениламинсульфоната натрия или бария



1—аппарат Киппа для получения водорода; *2*—предохранительная трубка, заполненная ватой; *3*—бутыль из темного стекла или покрытая черным лаком; *4*—зажим; *5*—бюретка.

и титруют раствором двухромовокислого калия до фиолетового окрашивания, не исчезающего в течение 1—2 мин.

Титр раствора хлорного железа (T) по оксиду железа вычисляют по формуле

$$T = \frac{0{,}003992 \cdot V_1}{V},$$

где 0,003992 — титр раствора двухромовокислого калия с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм^3, вычисленный по оксиду железа;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование раствора железа, см^3;

V — объем раствора железа, см^3.

Титан треххлористый по ГОСТ 311—78, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм^3; готовят следующим образом: смешивают 85 см^3 треххлористого титана с 2400 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:2. Кислоту готовят на свежепрокипяченной воде. Раствор треххлористого титана хранят в плотно закрытом темном сосуде в атмосфере водорода. Водород пропускают через установку из аппарата Киппа в течение 1 ч. Перед применением раствор треххлористого титана выдерживают в атмосфере водорода не менее 12 ч. Титр раствора устанавливают каждый раз перед началом работы, как указано в п. 3.2.2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Проведение анализа

3.2.1. От раствора после проведения диоксида кремния гравиметрическим или фотоколориметрическим методом по ГОСТ 14657.2—78 отбирают аликвотную часть 100 см^3, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и по каплям, при перемешивании, раствор марганцовокислого калия до появления не исчезающей в течение 1 мин розовой окраски.

В качестве индикатора прибавляют 4 см^3 раствора роданистого аммония и затем три раза по 0,5 г углекислого натрия, чтобы над раствором удалить воздух и заполнить пространство диоксидом углерода.

Окрашенный в ярко-красный цвет раствор титруют раствором треххлористого титана до обесцвечивания. В процессе титрования добавляют еще 2—3 раза углекислый натрий.

К оттитрованному раствору прибавляют одну каплю раствора хлорного железа. При этом должна появиться слабая окраска. Если окраска не появляется, то раствор перетитрован.

3.2.2. Для установки титра раствора треххлористого титана 20 см^3 стандартного раствора железа помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 80 см^3 воды, 20 см^3 разбавленной 1:3 серной кислоты и далее поступают, как указано в п. 3.2.1.

Титр раствора треххлористого титана (T_1) по оксиду железа вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{V \cdot T}{V_1},$$

где T — титр стандартного раствора хлорного железа, вычисленный по оксиду железа;

V — объем стандартного раствора железа с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм^3, см^3;

V_1 — объем раствора треххлористого титана, израсходованный на титрование, см^3.

3.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{V \cdot T_1 \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V_2},$$

где V — объем раствора треххлористого титана, израсходованный на титрование, см^3;

T_1 — титр раствора треххлористого титана, вычисленный по оксиду железа;

V_1 — общий объем раствора, см^3;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески боксита, г.

3.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать величины, указанной в таблице (см. п. 2.3.2).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНЫЙ ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании окрашенного в оранжево-красный цвет комплексного соединения железа (II) с *о*-фенантролином или *α, α′-дипиридилом.*

Железо предварительно восстанавливают гидрохлоридом гидроксиламина по двухвалентного состояния.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типов СФ-26, СФ-16 или аналогичные.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го класса точности.

Нейтральное стекло НС-8 толщиной 4 мм.

Бумага конго.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор 100 г/дм^3.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор с молярной концентрацией 2 моль/дм^3.

о-Фенантролин гидрохлорид, раствор с массовой долей 0,25%; готовят растворением 0,25 г реактива при слабом нагревании в 100 см^3 воды.

α, α′-дипиридил, раствор с массовой долей 0,25%; готовят растворением 0,25 г реактива при слабом нагревании в 100 см^3 воды.

Железо в виде проволоки или карбонильное по ГОСТ 13610—79.

Стандартный раствор железа; готовят следующим образом: 0,1399 г железа растворяют в 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. В конце растворения приливают 1—2 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, для окисления железа и выпаривают до влажных солей. Соли растворяют в 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,2 мг оксида железа.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Проведение анализа

4.2.1. От раствора, полученного после определения диоксида кремния фотоколориметрическим или гравиметрическим методом по ГОСТ 14657.2—78, в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть соответственно 5 или 50 см³. Затем доливают до метки водой и перемешивают.

Для определения железа отбирают от полученного раствора аликвотную часть 5 см³ и помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³.

Раствор разбавляют водой до объема 50 см³, приливают 5 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина, затем раствор уксуснокислого натрия до красного цвета бумаги конго и 10 см³ *о*-фенантролина или α, α'-дипиридила, доливают водой до метки и перемешивают.

4.2.2. Одновременно готовят раствор сравнения, для этого 5 см³ раствора контрольного опыта помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ стандартного раствора железа, что соответствует 1 мг оксида железа, и далее анализ ведут, как указано в п. 4.2.1.

4.2.3. Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют через 30 мин относительно раствора сравнения на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 510 нм. При измерении на спектрофотометре вместо раствора сравнения можно использовать нейтральное стекло НС-8 толщиной 4 мм.

Если для измерений используют нейтральное стекло, то в одну из кювет наливают раствор контрольного опыта, в другую — раствор исследуемой пробы и перед держателем с этими кюветами ставят держатель с нейтральным стеклом НС-8 толщиной 4 мм, которое устанавливают против кюветы с раствором контрольного опыта. Следует пользоваться постоянными кюветами, из которых одна предназначена для испытуемого раствора, а другая — для раствора сравнения. Кюветы должны быть помечены.

Если оптическая плотность испытуемого раствора больше оптической плотности раствора сравнения, то на нуль оптической плотности устанавливают прибор, используя раствор сравнения,

а затем измеряют оптическую плотность испытуемого раствора, записывая ее со знаком плюс.

Если оптическая плотность испытуемого раствора меньше оптической плотности раствора сравнения, то используют обратный порядок измерений: на нуль оптической плотности устанавливают прибор, используя в качестве раствора сравнения испытуемый раствор, а затем измеряют оптическую плотность раствора сравнения, записывая ее со знаком минус.

По величине оптической плотности испытуемого раствора определяют содержание железа по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2.4. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см³ приливают из микробюретки 0; 1,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0 см³ стандартного раствора железа, что соответствует 0; 0,2; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2 и 1,4 мг оксида железа и разбавляют до 50 см³ водой. Затем приливают 5 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина, раствор уксуснокислого натрия до красного цвета бумаги конго, по 10 см³ *о*-фенантролина или *α*, *α*′-дипиридила, доливают водой до метки и перемешивают. Далее анализ ведут, как указано в п. 4.2.3.

Раствором сравнения служит раствор, в котором содержится 1,0 мг оксида железа или нейтральное стекло НС-8 толщиной 4 мм. При использовании нейтрального стекла за стеклом НС-8 ставят кювету с раствором, не содержащим оксид железа.

По полученным значениям оптических плотностей и известным содержаниям оксида железа строят градуировочный график.

4.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot C \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 100},$$

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

m — масса навески боксита, г;

C — коэффициент, устанавливающий разбавление раствора;

V — общий объем раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³.

4.3.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать величины, указанной в таблице (см. п. 2.3.2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Л. С. Васильева, Т. И. Жилина, Е. Я. Гринькова, С. И. Медведева, Н. Ф. Парфенова, А. А. Диденко

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26.04.78 г. № 1113**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 14657.4—69**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	3.1
ГОСТ 199—78	4.1
ГОСТ 3118—77	2.1, 3.1, 4.1
ГОСТ 3640—79	3.1
ГОСТ 4147—74	3.1
ГОСТ 4204—77	3.1
ГОСТ 4220—75	3.1
ГОСТ 4461—77	2.1
ГОСТ 4478—78	2.1
ГОСТ 5456—79	4.1
ГОСТ 6552—80	3.1
ГОСТ 10652—73	2.1
ГОСТ 13610—79	1
ГОСТ 14657.0—78	4.1
ГОСТ 14657.2—78	2.2.1
ГОСТ 20490—75	3.1
ГОСТ 24104—80	4.1

5. **Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Госстандарта СССР от 11.08.88 № 2908**

6. **Переиздание (сентябрь 1991 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1988 г. (ИУС 12—88)**

gost.e-ecolog.ru