ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

МЕТОДЫ АНАЛИЗА

ГОСТ 16412.0-80—ГОСТ 16412.7-80; ГОСТ 16412.9—80

Издание официальное

Цена 20 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Академией наук УССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. И. Трефилов, Ю. М. Несмачный, Т. Н. Назарчук, Л. Н. Кругай, В. И. Корнилова, Л. Д. Бернадская, Л. М. Дружинская, О. И. Коробий

ВНЕСЕНЫ Академией наук УССР

Член Президиума Академии наук УССР акад. АН УССР **Г. С. Писаренко**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 июня 1980 г. № 2689

УДК 669.11—492 : 546.72.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 16412.1—80

ПОРОШОК ЖЕЛЕЗНЫЙ

Методы определения железа

Iron powder. Methods for the determinatoin of iron

Взамен
ГОСТ 16412.1—70

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10 июня 1980 г. № 2689 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.
до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает метод химического анализа для определения железа от 94 до 99% в железном порошке.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 16412.0—80.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ БИХРОМАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

2.1. Сущность метода

Метод анализа основан на восстановлении трехвалентного железа металлическим алюминием в солянокислом растворе с последующим титрованием двухвалентного железа раствором двухромовокислого калия.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные 2-го класса.

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

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

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—58.

Пудра алюминиевая комкованная марки АПС-1 по ГОСТ 10096—76.

Аммоний фтористый по ГОСТ 4518—75, 5%-ный раствор.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

Пруток алюминиевый марки А-95.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, дважды перекристаллизованный, 0,1 н. раствор: 4,9036 г двухромовокислого калия растворяют в 100—200 мл воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 л и доливают водой до метки.

1 мл раствора соответствует 0,005585 г железа. Для перекристаллизации растворяют 100 г бихромата калия в 150 мл воды при нагревании и доводят до кипения. Энергично размешивая, раствор выливают 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°С, растирают в порошок и окончательно высушивают при 200°С в течение 10 ч.

0,1 н. раствор двухромовокислого калия можно приготовить также из стандарт-титра.

Стандарт-титр калия двухромовокислого — по нормативно-технической документации. Титр раствора двухромовокислого калия по железу может быть установлен также по стандартному образцу железного порошка.

Фенилантраниловая кислота — по нормативно-технической документации, 0,2%-ный раствор: 0,2 г фенилантраниловой кислоты и 0,2 г безводного углекислого натрия растворяют при умеренном нагревании в 100 мл воды.

Дифениламин по ГОСТ 5825—70, 1%-ный раствор: 1 г дифениламина растворяют в 100 мл концентрированной серной кислоты.

Дифениламиносульфонат натрия — по нормативно-технической документации, 0,5%-ный раствор: 0,5 г дифениламиносульфоната натрия растворяют в 100 мл воды.

Защитная смесь: 150 мл концентрированной серной кислоты смешивают с 500 мл воды. После охлаждения раствора прибавляют 150 мл ортофосфорной кислоты.

Двуокись углерода газообразная и жидкая по ГОСТ 8050—76.

2.3. Проведение анализа

Навеску железного порошка массой 0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 мл и приливают 30 мл разбавленной соляной кислоты. После окончания бурной реакции обмывают стенки колбы водой, приливают 1,5—2 мл раствора фтористого аммония и нагревают содержимое до полного растворения железного порошка, не допуская кипения раствора. Раствор охлаждают до 50°С и восстанавливают трехвалентное железо до двухвалентного. Для этого к раствору прибавляют 50 мл воды, насыщенной углекислым газом, или 50 мл свежепрокипяченной воды, 5 мл разбавленной серной кислоты и 0,4 г металлического алюминия в виде пудры. Содержимое колбы медленно нагревают до полного рас-

творения порошкообразного алюминия. Восстановление железа можно проводить также с помощью алюминиевой проволоки или прутка. При применении алюминиевой проволоки (или прутка) ее вынимают из колбы и тщательно промывают водой. О полноте восстановления трехвалентного железа судят по полному обесцвечиванию раствора. После восстановления раствор кипятят 1—2 мин, охлаждают, разбавляют водой, насыщенной углекислым газом или свежепрокипяченной водой до объема 150—200 мл, прибавляют 25 мл защитной смеси, 40 мл разбавленной серной кислоты (концентрация серной кислоты в момент титрования должна быть не менее чем 10%-ной по объему) и титруют двухвалентное железо в присутствии нескольких капель фенилантраниловой кислоты 0,1 н. раствором двухромовокислого калия до появления устойчивой красно-фиолетовой окраски.

Титрование железа можно проводить также в присутствии индикатора дифениламина или дифениламиносульфоната натрия.

2.4. Обработка результатов

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

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

где V — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора анализируемого образца, мл;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора при проведении контрольного опыта, мл;

T — титр раствора двухромовокислого калия, выраженный в г/мл железа;

m — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать 0,3%.

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА

3.1. Сущность метода

Метод основан на прямом титровании раствора трехвалентного железа раствором трилона Б в присутствии аминоуксусной кислоты с индикатором сульфосалициловой кислотой.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные 2-го класса.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2 водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,1 н. раствор готовят из стандарт-титра: содержимое ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 л, растворяют в дистиллированной воде и доливают водой до метки. 1 мл раствора соответствует 0,002792 г железа. При отсутствии стандарт-титра 0,1 н. раствор трилона Б готовят следующим образом: 18,62 г трилона Б растворяют в воде и доводят объем водой до 1 л. Титр полученного раствора устанавливают по хлористому свинцу или стандартному образцу железного порошка.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, 10%-ный раствор.

Свинец хлористый по ГОСТ 4210—77.

Точную навеску хлористого свинца массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл и растворяют в 50 мл воды при нагревании. Затем раствор разбавляют водой до 150 мл, прибавляют 10 мл буферного раствора, несколько капель раствора ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода окраски от красно-фиолетовой к чисто-желтой. Титр раствора трилона Б (T), выраженный в г/мл свинца, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — точная навеска хлористого свинца, г;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование раствора хлористого свинца, мл.

Для нахождения титра раствора трилона, выраженного в г/мл железа, титр раствора по свинцу умножают на коэффициент пересчета 0,2695.

Стандарт-титр трилона Б по нормативно-технической документации.

Кислота аминоуксусная по ГОСТ 5860—75.

Буферный раствор с pH 5,5—6,0: 550 г уксуснокислого натрия растворяют в воде, доводят объем раствора водой до 1 л и прибавляют 100 мл 1 н. раствора уксусной кислоты.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, 1 н. раствор.

Ксиленоловый оранжевый, 0,1%-ный раствор.

3.3. Проведение анализа

Навеску железного порошка массой 0,1 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 мл, приливают 25 мл разбавленной соляной кислоты. После окончания бурной реакции обмывают стенки колбы водой и нагревают содержимое до растворения же-

лезного порошка. Затем к раствору добавляют 3 мл концентрированной азотной кислоты и кипятят 2—3 мин для окисления двухвалентного железа до трехвалентного. Раствор разбавляют до 200 мл водой и осторожно нейтрализуют по каплям раствором аммиака до тех пор, пока образующийся осадок гидроокиси железа не начнет растворяться с трудом. После этого к раствору добавляют 1 г аминоуксусной кислоты, обмывают стенки колбы водой, нагревают до 80°С, добавляют 2 мл раствора сульфосалициловой кислоты и титруют трехвалентное железо 0,1 н. раствором трилона Б до перехода вишнево-фиолетовой окраски раствора в соломенно-желтую.

3.4. Обработка результатов

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

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

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование раствора анализируемого образца, мл;

T — титр раствора трилона Б, выраженный в г/мл железа;

m — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать 0,3%.

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 16412.0—80 Порошок железный. Общие требования к методам анализа 1

ГОСТ 16412.1—80 Порошок железный. Методы определения железа. . . 3

ГОСТ 16412.2—80 Порошок железный. Методы определения фосфора . . 8

ГОСТ 16412.3—80 Порошок железный. Методы определения кремния . . 16

ГОСТ 16412.4—80 Порошок железный. Методы определения марганца . 22

ГОСТ 16412.5—80 Порошок железный. Методы определения серы . . 28

ГОСТ 16412.6—80 Порошок железный. Метод определения кислорода . 35

ГОСТ 16412.7—80 Порошок железный. Методы определения углерода . . 39

ГОСТ 16412.9—80 Порошок железный. Методы спектрального определения кремния и марганца 48

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *А. Г. Каширин*
Корректор *А. Г. Старостин*

Сдано в наб. 24.06.80 Подп. к печ. 02.09.80 3,25 п. л. 3,35 уч.-изд. л. Тир. 20000 Цена 20 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1021

gost.e-ecolog.ru