УДК 622.341.001.4:006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГРАФИТ

Методы определения железа

Graphite. Methods for determination of iron

ГОСТ 17818.5—90

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на скрытокристаллический графит и кристаллический графит, полученный при раздельном или совместном обогащении природных руд, графитсодержащих отходов металлургического и других производств, и устанавливает методы определения железа:

фотометрический метод при массовой доле железа от 0,05 до 2,5% с использованием в качестве комплексообразователя (индикатора) 1,10-фенантролина;

фотометрический метод с сульфосалициловой кислотой при массовой доле железа от 0,05 до 2,5%;

комплексонометрический метод при массовой доле железа свыше 2%.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 17818.0.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С ИНДИКАТОРОМ 1,10-ФЕНАНТРОЛИНОМ

(при массовой доле железа от 0,05 до 2,5%)

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения двухвалентных ионов железа с 1,10-фенантролином. Трехвалентное железо предварительно восстанавливают аскорбиновой кислотой.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектрокалориметр по ГОСТ 12083.

gost.e-ecolog.ru

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

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

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

1,10-фенантролин (о-фенантролин), раствор концентрации 2,5 г/дм^3 в 0,1 моль/дм^3 растворе соляной кислоты.

Железа оксид.

Стандартный раствор железа: 1,4298 г оксида железа помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 100 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1) и нагревают на водяной бане до полного растворения. Затем раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией железа 1 мг/см^3 (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор железа: отбирают пипеткой 10 см^3 стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией железа 0,01 мг/см^3 (раствор Б).

2.3. Подготовка к анализу

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 отмеривают бюреткой 0; 2; 4; 8; 10; 15; 20 и 25 см^3 градуировочного стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,02; 0,04; 0,08; 0,10; 0,15; 0,20 и 0,25 мг железа. Доливают водой до объема 25 см^3, приливают по 2 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1), по 2 см^3 раствора аскорбиновой кислоты, по 5 см^3 раствора о-фенантролина и по 20 см^3 раствора уксуснокислого натрия. Доливают водой до метки и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектрокалориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 450—500 нм, в кювете с толщиной калориметрируемого слоя 10 мм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий железа. Градуировочный график строят по ГОСТ 17818.0.

2.4. Проведение анализа

Навеску графита массой 1 г помещают в стакан вместимостью 100—150 см^3, приливают 25 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1), накрывают часовым стеклом или стеклянной или фарфоровой крышкой, покрытой глазурью, и кипятят в течение 20 мин. Затем разбавляют водой до 50—60 см^3 и фильтруют через плотный фильтр в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Остаток на фильтре промывают 4—6 раз горячей водой, подкисленной соляной кислотой (1 : 100). Раствор охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают (основной раствор).

От основного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть в зависимости от массовой доли железа и доливают раствором контрольного опыта до объема 20 см³ в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Объем аликвотной части, см³	
	Анализируемый раствор	Раствор контрольного опыта
До 0,3 включ.	20	—
Св. 0,3 » 1,0 »	5	15
» 1,0 » 2,5 »	2	18

Приливают 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 5 см³ раствора О-фенантролина, 20 см³ раствора уксуснокислого натрия, доливают до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность полученного раствора измеряют, как указано в п. 2.3.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По значению оптической плотности по градуировочному графику определяют массу железа в миллиграммах.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю железа (X_{Fe}) в процентах вычисляют по формуле

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

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

V — объем основного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески графита, г.

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

$$X_{Fe_2O_3} = 1{,}43 \cdot X_{Fe},$$

где 1,43 — коэффициент пересчета массовой доли железа на массовую долю оксида железа (III);

X_{Fe} — массовая доля железа в графите, %.

2.5.3. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать величин, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля железа (оксида железа), %	Допускаемое расхождение, %
До 0,10 включ.	0,005
Св. 0,10 » 0,50 »	0,02
» 0,50 » 1,0 »	0,05
» 1,0 » 2,5 »	0,1
» 2,5	0,2

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании в аммиачной среде окрашенного комплекса трисульфосалицилата железа.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор концентрации 100 г/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Градуировочный стандартный раствор железа (раствор Б), приготовленный по п. 2.2.

3.3. Подготовка к анализу

Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 отмеривают бюреткой 0; 1; 2; 5; 10; 20; 30; 40 и 50 см^3 градуировочного стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,01; 0,02; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 и 0,50 мг железа.

В каждую колбу приливают по 10 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты, раствора аммиака до появления устойчивой желтой окраски раствора и 5 см^3 в избыток. Раствор охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектрокалориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 400—450 нм в кювете с толщиной калориметрируемого слоя 10—30 мм.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий железа. Градуировочный график строят по ГОСТ 17818.0.

3.4. Проведение анализа

Навеску графита массой 1—3 г помещают в стакан вместимостью 100—150 см^3, приливают 25—50 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1), накрывают часовым стеклом или стеклянной или фарфоровой крышкой, покрытой глазурью, и кипятят в течение 20 мин. Затем разбавляют водой до 50—100 см^3 и фильтруют через плотный фильтр в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Остаток на фильтре промывают 4—6 раз горячей водой, подкислен-

ной соляной кислотой (1 : 100). Раствор охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают (основной раствор).

От основного раствора отбирают аликвотную часть 2—20 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, раствора аммиака до появления устойчивой желтой окраски раствора и 5 см³ в избыток.

Далее измеряют оптическую плотность раствора, как указано в п. 3.3.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По величине оптической плотности по градуировочному графику определяют массу железа в миллиграммах.

3.5. **Обработка результатов**

3.5.1. Массовую долю железа (X_{Fe}) и оксида железа ($X_{Fe_2O_3}$) в процентах вычисляют по формулам, приведенным в пп. 2.5.1 и 2.5.2.

3.5.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

4. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД
(при массовой доле железа свыше 2%)

4.1. **Сущность метода**

Метод основан на образовании бесцветного комплекса трилона Б с ионами железа при pH 1—1,5. В качестве индикатора используют раствор сульфосалициловой кислоты.

4.2. **Реактивы и растворы**

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

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1 : 1.

Стандартный раствор железа с массовой концентрацией 1 мг/см³ (раствор А), приготовленный по п. 2.2.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,025 моль/дм³ раствор, приготовленный следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в воде, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию трилона Б по железу устанавливают по стандартному раствору железа. Для этого в три конические колбы вместимостью по 250 см³ отбирают по 10 см³ стандартного раствора, приливают примерно 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 трилона Б (C) в г/см^3 железа вычисляют по формуле

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

где V_1 — объем стандартного раствора железа, см^3;

C_1 — массовая концентрация раствора железа, равная 0,001 г/см^3;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.

Допускается применять трилон Б, приготовленный из стандарт-титра, который растворяют в мерной колбе вместимостью 2000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

4.3. **Проведение анализа**

От основного раствора по п. 3.4 отбирают аликвотную часть 50 см^3 в коническую колбу вместимостью 250 см^3. Допускается использовать раствор, полученный после разложения всей пробы по п. 2.4. В этом случае после разложения пробы раствор фильтруют не в мерную, а в коническую колбу вместимостью 250 см^3. Затем приливают 1 см^3 азотной кислоты и кипятят 3—5 мин, приливают 0,3—0,5 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и по каплям разбавленный аммиак до начала изменения окраски раствора из фиолетовой в оранжевую, сразу 5 см^3 1 моль/дм^3 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 железа (X_{Fe}) в процентах вычисляют по формуле

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

где C — массовая концентрация раствора трилона Б по железу, г/см^3;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3;

V_1 — объем основного раствора, см^3;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески графита, г.

4.4.2. Массовую долю оксида железа (III) ($X_{Fe_2O_3}$) в процентах вычисляют по формуле, приведенной в п. 2.5.2.

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

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Концерном «Союзминерал»

   РАЗРАБОТЧИКИ

   И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы), **С. Н. Шевцова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.02.90 № 684

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 17818.5—72**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 199—78	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2; 4.2
ГОСТ 3760—79	3.2; 4.2
ГОСТ 4461—77	4.2
ГОСТ 4478—78	3.2; 4.2
ГОСТ 10652—73	4.2
ГОСТ 12083—78	2.2
ГОСТ 17818.0—90	1; 2 3; 3.3

gost.e-ecolog.ru