

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.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 1:1 и 0,1 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота аскорбиновая, раствор концентрации 10 г/дм³.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор концентрации 70 г/дм³.

О-фенантролин, раствор концентрации 2,5 г/дм³ в 0,1 моль/дм³ растворе соляной кислоты.

Железа оксид (III).

Стандартные растворы железа оксида (III):

раствор А: 2 г оксида железа (III), высушенного при 105—110 °C, помещают в колбу вместимостью 250 см³, приливают 100 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоты, нагревают на водяной бане до полного растворения, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 2 мг оксида железа (III);

раствор Б: отбирают пипеткой 10 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ 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 см³ 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 см³ стандартного раствора Б, доливают раствором контрольного опыта до 25 см³, приливают по 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты, по 5 см³ о-фенантролина, доливают до метки раствором уксуснокислого натрия и перемешивают.

Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотозлектроколориметре, 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. II 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 °C в течение 10—15 мин. Плав растворяют в 60 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоте и добавляют 1 см³ азотной кислоты. Раствор кипятят в течение 5 мин, охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³. Раствор доливают до метки водой (основной раствор).

От основного раствора отбирают аликовотную часть 25 см^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 при ожидаемой массовой доле оксида железа (III) менее 1 %.

При массовой доле оксида железа (III) свыше 1 % аликовотная часть уменьшается до 10 см^3 , но в этом случае необходимо доливать раствором контрольного опыта до объема 25 см^3 . Затем приливают 2 см^3 аскорбиновой кислоты и 5 см^3 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) ($X_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

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

V — объем основного раствора, см^3 ;

V_1 — объем аликовотной части основного раствора, см^3 ;

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 избытке. 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 °C и титруют раствором трилона Б до исчезновения фиолетового окрашивания.

Массовую концентрацию 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б (С) 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