

## СИЛИКОКАЛЬЦИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

## М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

## 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 двуххлористым оловом и титровании его раствором двуххромовокислого 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 пробы 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<sup>3</sup> холодной воды осторожно добавляют 1250 см<sup>3</sup> серной кислоты и, после охлаждения раствора, приливают 250 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты.

Олово по ГОСТ 860.

Олово (II) хлористое, свежеприготовленный раствор 10 г/дм<sup>3</sup>: 10 г хлористого олова ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) растворяют, нагревая в 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, добавляют 70 см<sup>3</sup> воды, перемешивают и добавляют несколько гранул металлического олова.

Ртуть (II) хлористая, раствор 0,5 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия дифениламиносульфонат, раствор 0,5 г/дм<sup>3</sup>, индикатор.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220, перекристаллизованный: 100 г двуххромовокислого калия растворяют в 150 см<sup>3</sup> 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 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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 выше 20,0 % помещают в платиновую чашку, добавляют 30 см<sup>3</sup> воды и осторожно, небольшими порциями, прибавляют 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Содержимое чашки перемешивают и прибавляют по каплям раствор фтористоводородной кислоты до полного растворения пробы и добавляют еще 5 см<sup>3</sup> в избыток.

Чашку с раствором помещают на нагретую плиту и выпаривают раствор до объема около 10 см<sup>3</sup>. Ополаскивают стенки чашки 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:5) и раствор выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты.

К сухому остатку прибавляют 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты, 15 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей.

Раствор (не обращая внимания на осадок сернокислого кальция) переносят из чашки в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, ополаскивая чашку небольшим количеством соляной кислоты, а затем водой.

Раствор в колбе выпаривают до объема 30—50 см<sup>3</sup> и восстанавливают железо, прибавляя по каплям раствор хлористого олова до исчезновения желтой окраски, добавляют еще 1—2 капли в избыток. К раствору добавляют 100 см<sup>3</sup> холодной воды. 50 см<sup>3</sup> раствора хлористой ртути и охлаждают в струе холодной воды. Затем добавляют 25 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

0,003 — массовая концентрация раствора двухромовокислого калия, выраженная в г/см<sup>3</sup> 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 $\Delta$ , %	Допускаемое расхождение, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях $d_{\text{к}}$	двух параллельных определений $d_2$	трех параллельных определений $d_3$	результатов стандартного образца от аттестованного значения $\delta$
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.И. Прусакова*  
 Корректор *В.И. Варенцова*  
 Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лин. № 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 Издательство на ПЭВМ  
 Филиал ИПК Издательство стандартов – тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.  
 Плр № 080102