

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СИЛИКОКАЛЬЦИЙ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

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 проба 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 дм³ холодной воды осторожно добавляют 1250 см³ серной кислоты и, после охлаждения раствора, приливают 250 см³ фосфорной кислоты.

Олово по ГОСТ 860.

Олово (II) хлористое, свежеприготовленный раствор 10 г/дм³: 10 г хлористого олова (SnCl₂·2H₂O) растворяют, нагревая в 30 см³ соляной кислоты, добавляют 70 см³ воды, перемешивают и добавляют несколько гранул металлического олова.

Ртуть (II) хлористая, раствор 0,5 г/дм³.

Натрия дифениламиносульфонат, раствор 0,5 г/дм³, индикатор.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220, перекристаллизованный: 100 г двуххромовокислого калия растворяют в 150 см³ 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.

Калий двухромовокислый, титрованный раствор: 2,6339 г перекристаллизованного двухромовокислого калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ 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 свыше 20,0 % помещают в платиновую чашку, добавляют 30 см³ воды и осторожно, небольшими порциями, прибавляют 10 см³ азотной кислоты. Содержимое чашки перемешивают и прибавляют по каплям раствор фтористоводородной кислоты до полного растворения пробы и добавляют еще 5 см³ в избыток.

Чашку с раствором помещают на нагретую плиту и выпаривают раствор до объема около 10 см³. Ополаскивают стенки чашки 10 см³ серной кислоты (1:5) и раствор выпаривают до прекращения выделения паров серной кислоты.

К сухому остатку прибавляют 30 см³ соляной кислоты, 15 см³ воды и нагревают до растворения солей.

Раствор (не обращая внимания на осадок сернокислого кальция) переносят из чашки в коническую колбу вместимостью 500 см³, ополаскивая чашку небольшим количеством соляной кислоты, а затем водой.

Раствор в колбе выпаривают до объема 30—50 см³ и восстанавливают железо, прибавляя по каплям раствор хлористого олова до исчезновения желтой окраски, добавляют еще 1—2 капли в избыток. К раствору добавляют 100 см³ холодной воды, 50 см³ раствора хлористой ртути и охлаждают в струе холодной воды. Затем добавляют 25 см³ смеси кислот, 10 капель раствора индикатора и титруют раствором двухромовокислого калия до появления сине-фиолетовой окраски раствора, не исчезающей 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, см³;

V_1 — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см³;

0,003 — массовая концентрация раствора двухромовокислого калия, выраженная в г/см³ 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 Δ , %	Допускаемое расхождение, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях d_k	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
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.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 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 135 экз. С2838. Зак. 419.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102