

**ГРАФИТ****Методы определения железа**Graphite. Methods for  
determination of iron**ГОСТ**

17818.5—90

ОКСТУ 5709

<b>Срок действия</b>	<b>с 01.07.91</b>
	<b>до 01.07.96</b>

Настоящий стандарт распространяется на скрытокристаллический графит и кристаллический графит, полученный при раздельном или совместном обогащении природных руд, графит содержащих 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.

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

Кислота аскорбиновая, раствор концентрации 10 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор концентрации 70 г/дм<sup>3</sup>.

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

Железа оксид.

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

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

### 2.3. Подготовка к анализу

В мерные колбы вместимостью по 100 см<sup>3</sup> отмеривают бюреткой 0; 2; 4; 8; 10; 15; 20 и 25 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, приливают по 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1 : 1), по 2 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, по 5 см<sup>3</sup> раствора о-фенантролина и по 20 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, приливают 25 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> и фильтруют через плотный фильтр в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Остаток на фильтре промывают 4—6 раз горячей водой, подкисленной соляной кислотой (1 : 100). Раствор охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают (основной раствор).

### С. 3 ГОСТ 17818.5—90

От основного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают аликовотную часть в зависимости от массовой доли железа и доливают раствором контрольного опыта до объема 20 см<sup>3</sup> в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Объем аликовотной части, см <sup>3</sup>	
	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 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, 5 см<sup>3</sup> раствора О-фенантролина, 20 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликовотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup> отмеривают бюреткой 0; 1; 2; 5; 10; 20; 30; 40 и 50 см<sup>3</sup> градуированного 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<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, раствора аммиака до появления устойчивой желтой окраски раствора и 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, приливают 25—50 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> и фильтруют через плотный фильтр в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Остаток на фильтре промывают 4—6 раз горячей водой, подкислен-