

**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%;

комплексометрический 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**

Фотозлектрокалориметр 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).

От основного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную 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 аликвотной 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 аликвотной 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<br>(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 КИСЛОТЫ

#### 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> 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<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 фотоэлектродкалориметре, 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-

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

От основного раствора отбирают аликвотную часть 2—20 см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, раствора аммиака до появления устойчивой желтой окраски раствора и 5 см<sup>3</sup> 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. КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ 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/дм<sup>3</sup>.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.

Стандартный раствор железа с массовой концентрацией 1 мг/см<sup>3</sup> (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/дм<sup>3</sup> раствор, приготовленный следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в воде, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> отбирают по 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора, приливают примерно по 50 см<sup>3</sup> воды, по 0,3—0,5 см<sup>3</sup> сульфосалициловой кислоты и по каплям разбавленный аммиак до начала изменения окраски раствора из фиолетовой в оранжевую и сразу 5 см<sup>3</sup> 1 моль/дм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> железа вычисляют по формуле

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

где  $V_1$  — объем стандартного раствора железа, см<sup>3</sup>;

$C_1$  — массовая концентрация раствора железа, равная 0,001 г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

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

#### 4.3. Проведение анализа

От основного раствора по п. 3.4 отбирают аликвотную часть 50 см<sup>3</sup> в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup>. Затем приливают 1 см<sup>3</sup> азотной кислоты и кипятят 3—5 мин, приливают 0,3—0,5 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты и по каплям разбавленный аммиак до начала изменения окраски раствора из фиолетовой в оранжевую, сразу 5 см<sup>3</sup> 1 моль/дм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

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

$V_2$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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»  
РАЗРАБОТЧИКИИ. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы),  
С. Н. Шевцова2. 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 ДОКУМЕН-  
ТЫ

| Обозначение НТД, на который<br>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           |