МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПЕРИКЛАЗ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы определения окиси железа

ГОСТ 24523.3—80

Electrotechnical periclase. Methods for the determination of ferric oxide

МКС 81.080

Дата введения 01.07.83

Настоящий стандарт распространяется на электротехнический периклаз и устанавливает фотометрические методы определения массовых долей окиси железа с сульфосалициловой кислотой и 1,10-фенантролином и атомно-абсорбционный в диапазоне от 0,04 до 0,4 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 24523.0.

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ЖЕЛЕЗА С СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ

2.1. Сущность метода заключается в образовании желтого комплексного соединения железа с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде при pH 8—11,5 и фотометрировании окрашенного раствора при длине волны 430 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа используют:

плитку электрическую с закрытой спиралью;

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа;

железо карбонильное по ГОСТ 13610;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1;

кислоту азотную по ГОСТ 4461;

аммоний винокислый средний, 25 %-ный раствор;

кислоту сульфосалициловую по ГОСТ 4478, 20 %-ный раствор;

аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1;

растворы окиси железа стандартные;

раствор А; готовят следующим образом: 0,6994 г карбонильного железа растворяют в 100 $см^3$ соляной кислоты при умеренном нагревании, добавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания, нагревают до удаления окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают. 1 $см^3$ раствора содержит 0,001 г окиси железа;

раствор Б; готовят перед употреблением следующим образом: 10 $см^3$ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят водой до метки и перемешивают. 1 $см^3$ раствора содержит 0,0001 г окиси железа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. От анализируемого раствора, полученного по разд. 3 ГОСТ 24523.1 или по разд. 3 ГОСТ 24523.5, отбирают аликвотную часть объемом 50 $см^3$.

2.3.2. Допускается готовить анализируемый раствор без сплавления навески. Для этого навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в 15 $см^3$ соляной кислоты при нагревании, не доводя до кипения. После растворения навески добавляют 1—2 капли азотной

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

кислоты и продолжают нагревание в течение 2—3 мин. Приливают 10 см³ теплой воды, нагревают в течение 10—15 мин, не доводя до кипения, охлаждают, фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 100 см³. Фильтр промывают три раза водой. Раствор доводят водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Предполагаемая массовая доля окиси железа, %	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,04 до 0,10	50
Св. 0,10 » 0,20	20
» 0,20 » 0,40	10

2.3.3. При массовой доле окиси железа 0,05 % и менее анализируемый раствор готовят по п. 2.3.2.

2.3.4. От анализируемого раствора, полученного по п. 2.3.2, отбирают аликвотную часть объемом, указанным в табл. 1.

2.3.5. Аликвотную часть анализируемого раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 2 см³ раствора виннокислого аммония, 10 см³ сульфосалициловой кислоты и 10 см³ раствора аммиака, доводят водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, применяя синий светофильтр со светопропусканием 400—450 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения служит раствор контрольного опыта.

По величине оптической плотности анализируемого раствора устанавливают массу окиси железа по градуировочному графику.

2.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ каждая отбирают микробюреткой 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030; 0,00040 и 0,00050 г окиси железа.

В каждую колбу приливают 10 см³ сульфосалициловой кислоты, 20 см³ воды и 10 см³ раствора аммиака, доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, применяя синий светофильтр со светопропусканием 400—450 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм.

В качестве раствора сравнения служит раствор контрольного опыта. По полученным средним значениям оптической плотности растворов и известным массам окиси железа строят градуировочный график.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю окиси железа (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1},$$

где m_1 — масса окиси железа, найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см³.

2.5.2. Нормы контроля точности определения массовой доли окиси железа приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси железа, %	Δ, %	Допускаемое расхождение, %		
		d_2	$d_к$	δ
От 0,04 до 0,05 включ.	0,011	0,012	0,014	0,007
Св. 0,05 » 0,10 »	0,016	0,017	0,020	0,010
» 0,1 » 0,2 »	0,02	0,02	0,03	0,01
» 0,2 » 0,4 »	0,03	0,03	0,04	0,02

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ЖЕЛЕЗА С 1,10-ФЕНАНТРОЛИНОМ

3.1. Сущность метода заключается в образовании оранжево-красного комплексного соединения двухвалентного железа с 1,10-фенантролином при pH 2—9 и фотометрировании окрашенного раствора при длине волны 510 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа используют:

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа;

гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, 10 %-ный раствор;

кислоту уксусную по ГОСТ 61 и разбавленную 1:1;

1,10-фенантролин (*о*-фенантролин), 1%-ный раствор; готовят следующим образом: 1 г 1,10-фенантролина растворяют в 100 см^3 уксусной кислоты, разбавленной 1:1;

аммиак водный по ГОСТ 3760;

индикатор универсальный, бумага;

буферный раствор с pH 6; готовят следующим образом: 140 см^3 концентрированной уксусной кислоты разбавляют в 1700 см^3 воды, приливают осторожно, при постоянном перемешивании 140 см^3 водного аммиака. Раствор охлаждают, приливают аммиак или уксусную кислоту до установления pH 6 по универсальной индикаторной бумаге;

раствор окиси железа стандартный, раствор В; готовят перед употреблением следующим образом: 10 см^3 стандартного раствора Б, приготовленного по п. 2.2, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. 1 см^3 раствора содержит 0,00001 г окиси железа.

3.3. Проведение анализа

От анализируемого раствора, полученного по разд. 3 ГОСТ 24523.1, отбирают аликвотную часть объемом 25 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 2 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина, перемешивают и оставляют на 10 мин. Приливают 5 см^3 раствора 1,10-фенантролина и вводят буферный раствор до установления величины pH 3,5 по универсальной индикаторной бумаге. Через 15 мин доводят водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, применяя зеленый светофильтр со светопропусканием 480—580 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения служит раствор контрольного опыта.

По величине оптической плотности анализируемого раствора устанавливают массу окиси железа по градуировочному графику.

3.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см^3 каждая отбирают 1; 2; 5; 10; 20 и 25 см^3 раствора В, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00005; 0,00010; 0,00020 и 0,00025 г окиси железа.

В каждую колбу приливают 2 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина, перемешивают и оставляют на 10 мин. Приливают 5 см^3 раствора 1,10-фенантролина и вводят буферный раствор до установления величины pH 3,5 по универсальной индикаторной бумаге. Через 15 мин доводят водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, применяя зеленый светофильтр со светопропусканием 480—580 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю окиси железа в процентах вычисляют по п. 2.5.1.

3.5.2. Нормы контроля точности определения массовой доли окиси железа приведены в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6. **(Исключен, Изм. № 1).**

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода заключается в измерении поглощения излучения с длиной волны 248,3 нм атомами железа в пламени ацетилен—воздух.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа используют:

атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для железа;

баллон с ацетиленом;

баллон со сжатым воздухом или компрессор;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:3;

фоновый раствор; готовят следующим образом: 16—20 г смеси для сплавления, приготовленной по п. 2.1 ГОСТ 24523.1, растворяют при нагревании в 240 $см^3$ соляной кислоты, разбавляют водой до 1 $дм^3$ и перемешивают.

4.3. Проведение анализа

Для определения окиси железа используют раствор, полученный по п. 3.1 ГОСТ 24523.1.

Атомное поглощение этого раствора измеряют в верхней части окислительного воздушно-ацетиленового пламени при длине волны 248,3 нм.

По величине атомного поглощения устанавливают массу окиси железа по градуировочному графику.

4.4. Построение градуировочного графика

4.4.1. *Приготовление стандартных градуировочных растворов*

В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ отбирают микробюреткой 0; 0,05; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 и 9,0 $см^3$ раствора Б, приготовленного по п. 2.2, что соответствует 0; 0,00005; 0,00010; 0,00020; 0,00030; 0,00040; 0,00050; 0,00060; 0,00070; 0,00080 и 0,00090 г окиси железа.

Колбы доливают фоновым раствором до метки и перемешивают.

4.4.2. Атомное поглощение стандартных градуировочных растворов дважды измеряют в верхней части окислительного воздушно-ацетиленового пламени при длине волны 248,3 нм.

По полученным средним значениям атомного поглощения растворов с учетом атомного поглощения контрольного опыта и известным массам окиси железа строят градуировочный график.

4.5. Обработка результатов

4.5.1. Массовую долю окиси железа (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 2{,}5 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса окиси железа, найденная по градуировочному графику, г;

2,5 — коэффициент, учитывающий разбавление анализируемого раствора до 250 $см^3$;

m — масса навески, г.

4.1—4.5.1. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

4.5.2. Нормы контроля точности определения массовой доли окиси железа приведены в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.С. Турчанинов; канд. техн. наук; **А.И. Узберг; Г.Г. Лопачак; А.С. Бородачев; Н.А. Бобылева;** канд. техн. наук **И.М. Лоскутова**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.12.80 № 6283

Изменение № 2 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 11 от 25.04.97)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2506

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2
ГОСТ 4461—77	2.2
ГОСТ 4478—78	2.2
ГОСТ 5456—79	3.2
ГОСТ 13610—79	2.2
ГОСТ 24523.0—80	1.1
ГОСТ 24523.1—80	2.3.1, 4.3
ГОСТ 24523.5—80	2.3.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1987 г., сентябре 1997 г. (ИУС 1—88, 12—97)

gost.e-ecolog.ru