МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ БАДДЕЛЕИТО-КОРУНДОВЫЕ

Методы определения оксида железа

ГОСТ 20300.5—90

Baddeleyite-corundum refractories.
Methods for determination of ferric oxide

МКС 81.080
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрические методы определения оксида железа (при массовой доле оксида железа от 0,01 до 1 %) в огнеупорных бадделеито-корундовых изделиях.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 20300.1.

2. СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на фотоколориметрировании сульфосалицилата железа, окрашенного в желтый цвет.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колориметр фотоэлектрический типа КФК-2 по НТД.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, 1 М раствор.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей 20 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 10 %.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, растворы с массовыми долями 10 и 25 %.

Квасцы железоаммонийные по ТУ 6—09—5359, х.ч.

Метиловый красный (метилрот) по ТУ 6—09—5169, спиртовой раствор с массовой долей 0,2 %.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 6,0397 г железоаммонийных квасцов растворяют в 100 $см^3$ воды, подкисленной 30 $см^3$ раствора соляной кислоты, и разбавляют раствор водой до 1 $дм^3$.

1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг оксида железа.

Раствор Б: 100 $см^3$ раствора А разбавляют водой до 1 $дм^3$.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,1 мг оксида железа.

Раствор В готовят разбавлением раствора Б в 10 раз.

1 $см^3$ раствора В содержит 0,01 мг оксида железа.

Точную концентрацию раствора А устанавливают гравиметрическим методом: в три стакана вместимостью по 300 $см^3$ отбирают соответственно 10, 20, 30 $см^3$ стандартного раствора А, разбавляют дистиллированной водой до 100—150 $см^3$ и осаждают гидроокись железа аммиаком в присутствии метилрота.

Полученный осадок фильтруют через фильтр с белой лентой, промывают горячим раствором азотнокислого аммония, в который добавлено несколько капель аммиака до отрицательной реакции на ион хлора (проба с раствором азотнокислого серебра). Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый тигель, озоляют и прокаливают до постоянной

gost.e-ecolog.ru

массы при температуре 800—850 °С. Охлажденный в эксикаторе тигель с прокаленным осадком взвешивают и вычисляют концентрацию раствора А в миллиграммах оксида железа на кубический сантиметр.

Для приготовления стандартного раствора можно использовать также оксид железа ос. ч. или карбонильное железо ос. ч.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Отбирают пипеткой 25—50 $см^3$ раствора, полученного, как указано в ГОСТ 20300.3, разд. 2, переносят его в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$.

В колбу с раствором для колориметрирования прибавляют 10 $см^3$ 1 М раствора хлористого аммония, 15 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты и аммиака сначала до устойчивого желтого окрашивания и сверх того 3 $см^3$, после чего разбавляют водой до метки. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, приготовленный так же, как испытуемый.

Величину оптической плотности анализируемого раствора измеряют на фотоколориметре по отношению к контрольному раствору, пользуясь синим светофильтром ($\lambda = 450$ нм), в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм. Массовую долю оксида железа (III) определяют по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочных графиков

Для определения оксида железа строят два градуировочных графика: первый — в интервале концентраций 0,1—1 мг оксида железа в 100 $см^3$ раствора, второй — в интервале концентраций 0,01—0,1 мг оксида железа на 100 $см^3$ раствора.

Построение первого градуировочного графика проводят следующим образом: в 10 колб вместимостью 100 $см^3$ каждая последовательно отмеряют 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 $см^3$ раствора Б. Затем добавляют в каждую колбу 10 $см^3$ 1 М раствора хлористого аммония, 15 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты, раствор аммиака с массовой долей 25 % до появления устойчивой желтой окраски раствора и избыток 3 $см^3$ раствора аммиака. Контрольный раствор готовят, как указано в п. 2.3.1.

Каждый раствор разбавляют водой до метки, перемешивают и фотоколориметрируют.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им концентрациям железа строят градуировочный график.

Построение второго градуировочного графика проводят аналогично построению первого, но для его построения берут раствор В.

3. 1,10-ФЕНАНТРОЛИНОВЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании оранжево-красного комплексного соединения ионов Fe^{2+} с 1,10-фенантролином ($\lambda = 508$ нм). Ионы Fe^{3+} предварительно восстанавливаются до Fe^{2+} солянокислым гидроксиламином.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колориметр фотоэлектрический типа КФК-2 по НТД.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, растворы с массовой долей 10 и 25 %.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Гидроксиламин гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 10 %.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, раствор с массовой долей 40 %.

1,10-фенантролин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Ацетатный буферный раствор с pH 5,0: 38 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 $см^3$ воды, добавляют 6,7 $см^3$ уксусной кислоты и доливают водой до объема 1 $дм^3$. pH буферного раствора проверяют на pH-метре и при необходимости добавляют уксусную кислоту или щелочь.

Квасцы железоаммонийные, х.ч.

Стандартные растворы железа готовят, как указано в п. 2.2.

Бумага индикаторная универсальная.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Отбирают пипеткой 25—50 $см^3$ раствора, полученного, как указано в ГОСТ 20300.2, пп. 2.3, 3.4, переносят его в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$.

3.3.2. В мерную колбу добавляют 3 $см^3$ раствора гидроксиламина и добавляют по каплям раствор уксуснокислого натрия до pH 3,0 (pH контролируют с помощью универсальной индикаторной бумаги). Затем прибавляют 10 $см^3$ буферного раствора, 2 $см^3$ раствора 1,10-фенантролина, доливают водой до метки и перемешивают. Через 40 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя зеленый светофильтр с $\lambda = 520$ нм, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 30 $см^3$. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, приготовленный так же, как испытуемый раствор.

Массовую долю оксида железа (III) в испытуемом растворе в миллиграммах находят по градуировочному графику.

3.3.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 $см^3$ приливают из бюретки 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 $см^3$ стандартного раствора В, содержащего 0,01 $мг/см^3$ оксида железа. Одновременно готовят раствор сравнения. Далее поступают, как указано в п. 3.2. По полученным значениям оптических плотностей растворов и известным содержаниям оксида железа (II) строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю оксида железа (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m_1 — количество оксида железа в аликвотной части раствора, найденное по градуировочному графику, г;

V — общий объем раствора, $см^3$;

m — масса пробы, г;

V_1 — объем аликвотной части, $см^3$.

4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,005 % — при содержании оксида железа в пробе менее 0,1 % и 0,010 % — при содержании оксида железа в пробе более 0,1 %. Оценка границ случайной составляющей погрешности результата анализа составляет ± 0,01 %.

При разногласиях в оценке качества применяют сульфосалициловый метод.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Государственной ассоциацией промышленности строительных материалов**

РАЗРАБОТЧИКИ

Е.В. Соболев, канд. техн. наук; **В.Е. Голубев**, канд. техн. наук; **Р.П. Борисова**; **Е.А. Диденко**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 15.03.90 № 434**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 20300.5—74**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 61—75	3.2	ГОСТ 5456—79	3.2
ГОСТ 199—78	3.2	ГОСТ 20300.1—90	1
ГОСТ 3118—77	2.2	ГОСТ 20300.2—90	3.3.1
ГОСТ 3760—79	2.2	ГОСТ 20300.3—90	2.3.1
ГОСТ 3773—72	2.2	ТУ 6-09-5169—87	2.2
ГОСТ 4478—78	2.2		

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ**

gost.e-ecolog.ru