УДК 622.367:546.723—31.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МАТЕРИАЛЫ НЕМЕТАЛЛОРУДНЫЕ

Методы определения массовой доли оксида железа (III)

ГОСТ 26318.3—84

Non-metallic ore materials.
Methods for determination of iron oxide mass fraction

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.86
до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на полевошпатовые и кварцполевошпатовые материалы, слюду, диопсид и устанавливает фотометрический и комплексонометрический методы определения массовой доли общего железа в пересчете на оксид железа (III).

При возникновении разногласий в оценке качества по величине массовой доли оксида железа (III), определение проводят фотометрическим методом.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам определения массовой доли оксида железа (III) — по ГОСТ 26318.0—84.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании устойчивого в течение нескольких часов оранжево-красного комплексного соединения двухвалентного железа с ортофенантролином или его аналогами (α-α'-дипиридилом или ортофенантролином солянокислым).

2.1. Аппаратура, реактивы, растворы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр или атомно-абсорбционный спектрофотометр;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1:1 и 1:3;

кислоту уксусную по ГОСТ 61—75;

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

кислоту винную по ГОСТ 5817—77;

кислоту аскорбиновую;

гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79;

железа (III) оксид, высушенный при температуре 105—110 °С до постоянной массы;

натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор концентрации 70—100 г/дм³;

ортофенантролин (или α-α′-дипиридил или ортофенантролин солянокислый);

буферный раствор pH 3,6 (33 г уксуснокислого натрия растворяют в воде, приливают 58 см³ ледяной уксусной кислоты и доводят водой до 1 дм³).

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. *Приготовление составного реагента*

В мерный стакан вместимостью 1000 см³ помещают 400 см³ буферного раствора, 20 г гидроксиламина солянокислого (или 5 г аскорбиновой кислоты), 30 г винной кислоты и 1 г ортофенантролина (или α-α′-дипиридила, или ортофенантролина солянокислого), доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют в склянку с притертой пробкой.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.2.2. *Приготовление стандартного раствора окиси железа*

0,1 г оксида железа (III) помещают в стакан вместимостью 150 см³, приливают 50 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане до полного растворения. Раствор охлаждают, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

В 1 см³ полученного раствора содержится 0,1 мг оксида железа (III).

2.2.3. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 см³ отбирают: 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см³ стандартного раствора оксида железа (III), что соответствует 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 и 0,30 мг оксида железа (III).

В колбы приливают по 20 см³ раствора холостого опыта 1 или 2 по ГОСТ 26318.1—84, по 5 см³ составного реагента, доводят до метки раствором уксуснокислого натрия и перемешивают. Через 10 мин растворы фотометрируют, применяя кюветы с толщиной слоя 10 мм и синий светофильтр (400—500 нм) при использовании ортофенантролина или ортофенантролина солянокислого и зеленый светофильтр (500—520 нм) при использовании α-α′-дипиридила. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий оксида железа (III).

По данным оптических плотностей растворов и соответствующим им концентрациям оксида железа (III) строят градуировочный график.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. От анализируемого раствора 1 или 2 по ГОСТ 26318.1—84 в мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают аликвотную часть в зависимости от ожидаемого содержания оксида железа (III) в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида железа (III), определяемая из анализируемых растворов 1 и 2, %	Объем аликвотной части, см³			
	анализируемый раствор 1	раствор холостого опыта 1	анализируемый раствор 2	раствор холостого опыта 2
От 0,1 до 0,30	—	—	20	—
Св. 0,30 » 0,75	—	—	10	10
» 0,75 » 1,5	—	—	5	15
» 1,0 » 6,0	20	—	—	—
» 2,0 » 15,0	10	10	—	—

В другую мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают такую же аликвотную часть раствора холостого опыта 1 или 2.

Затем в колбы вводят все реактивы, как при построении градуировочного графика, доводят до метки раствором уксуснокислого натрия и тщательно перемешивают. Оптическую плотность полученного анализируемого раствора измеряют относительно раствора холостого опыта.

По измеренной оптической плотности по градуировочному графику находят содержание оксида железа (III), мг.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где m_1 — масса оксида железа (III), найденная по градуировочному графику, мг;

V — общий объем раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, взятый для проведения анализа, см³;

m — масса навески, г.

2.4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать величины, приведенной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля оксида железа (III), %	Допускаемое расхождение, %	Массовая доля оксида железа (III), %	Допускаемое расхождение, %
0,1	0,036	2,0	0,15
0,2	0,050	5,0	0,25
0,5	0,080	10	0,33
1,0	0,11	20	0,47

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании комплексного соединения трехвалентного железа с сульфосалициловой кислотой и разрушении его трилоном Б. Метод применяют при массовой доле оксида железа (III) не менее 1,5 %.

3.1. Реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, 1 М раствор (80 см^3 соляной кислоты в 1 дм^3 водного раствора);

кислоту сульфосалициловую по ГОСТ 4478—78, раствор концентрации 100 г/дм^3;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1;

трилон Б по ГОСТ 10652—73, 0,025 м раствор, приготовленный из стандарт-титра, содержащего 0,1 г/экв (0,1 моль) вещества, который растворяют в колбе вместимостью 2 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Проведение анализа

3.2.1. От основного раствора 2 отбирают аликвотную часть 50 см^3 в коническую колбу вместимостью 300 см^3. Приливают 0,3—0,5 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и по каплям разбавленный аммиак до начала изменения окраски раствора из фиолетовой в оранжевую и сразу же 5 см^3 1 М раствора соляной кислоты.

Раствор нагревают до 60—70 °С и титруют раствором трилона Б до исчезновения фиолетового окрашивания.

3.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{0,001996 \cdot V_1 \cdot V \cdot 100}{V_2 \cdot m},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3;

V — общий объем раствора анализируемой пробы, $см^3$;

0,001996 — титр 0,025 М раствора трилона Б по оксиду железа (III), г/$см^3$;

V_2 — объем аликвотной части раствора, взятый для анализа, $см^3$;

m — масса навески, г.

3.3.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значения, приведенного в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством промышленности строительных материалов СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Н. М. Золотухина, В. М. Горохова, Е. А. Пыркин, О. Н. Феодосьева, Э. И. Лопатина

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 31.10.84 № 3810

3. **ВЗАМЕН** ГОСТ 20543.3—75 и ГОСТ 14328.2—77

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.1.1
ГОСТ 199—78	2.1.1
ГОСТ 3118—77	2.1.1; 3.1.1
ГОСТ 3760—79	3.1.1
ГОСТ 4478—78	3.1.1
ГОСТ 5456—79	2.1.1
ГОСТ 5817—77	2.1.1
ГОСТ 10652—73	3.1.1
ГОСТ 26318.0—84	1.1

5. Срок действия продлен до 01.01.96 Постановлением Госстандарта СССР от 24.12.90 № 3242

8. Переиздание (май 1991 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1986 г., октябре 1990 г. (ИУС 1—87, 4—91)

gost.e-ecolog.ru