УДК 666.123.35:546.723-31.06:006.354 Группа А59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ДОЛОМИТ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Метод определения содержания окиси железа

Dolomite for glass industry.
Method for the determination
of ferric oxide content

ГОСТ 23673.2—79

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29 мая 1979 ... № 1946 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на доломит, предназначенный для стекольной промышленности, и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания окиси железа, растворимой в соляной кислоте.

Метод основан на образовании в аммиачной среде при pH=8—11,5 окрашенного в желтый цвет комплексного соединения сульфосалицилата железа и фотометрировании окрашенного раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23673.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр типов ФЭК-60, ФЭК-56 и ФЭК-Н—57;

печь муфельную лабораторную, обеспечивающую температуру нагрева 1000—1100°С;

весы аналитические 1-го класса точности с разновесами;

весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,05 г с разновесами;

кислоту сульфосалициловую по ГОСТ 4478—78, 20%-ный раствор;

gost.e-ecolog.ru

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, 10%-ный раствор;
аммиак водный по ГОСТ 3760—64, 10%-ный раствор;
аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, 1 н. раствор;
индикатор метиловый красный по ГОСТ 5853—51, 0,1%-ный спиртовый раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77;
квасцы железо-аммонийные по ГОСТ 4205—77;
стандартные растворы окиси железа:
раствор А, приготовленный следующим образом: 6,0397 г железо-аммонийных квасцов помещают в стакан вместимостью 350—550 мл и растворяют в 100 мл воды, подкисленной 30 мл соляной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают водой до метки и перемешивают.

1 мл раствора А содержит 1 мг окиси железа.

Титр раствора устанавливают весовым методом. Для этого из бюретки отмеривают в три стакана вместимостью 300—400 мл по 5; 15; 25 мл стандартного раствора А, доливают водой до объема 100—150 мл, нагревают до кипения и осаждают гидроокись железа аммиаком обычным способом.

Полученные весовым методом содержания окиси железа в граммах делят на количество миллилитров стандартного раствора, взятого в каждом отдельном случае, и вычисляют среднее содержание окиси железа в граммах в 1 мл стандартного раствора;

раствор Б, приготовленный разбавлением раствора А в 10 раз. 1 мл раствора Б содержит 0,1 мг окиси железа;

раствор В, приготовленный разбавлением раствора Б в 10 раз. 1 мл раствора В содержит 0,01 мг окиси железа.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. От фильтрата, полученного по ГОСТ 23673.1—79, в мерную колбу вместимостью 100 мл отбирают аликвотную часть раствора объемом 25 мл, приливают 10 мл раствора хлористого аммония, 15 мл раствора сульфосалициловой кислоты, 10%-ный раствор аммиака до устойчивого желтого окрашивания и в избыток 3 мл. Затем доливают водой до метки и перемешивают.

3.2. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью светопропускания 400—450 нм (синий светофильтр) в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

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

3.3. Для построения первого градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 10 мл приливают с помощью бюретки

0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и 10,0 мл стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005; 0,0006; 0,0007; 0,0008; 0,0009 и 0,0010 г окиси железа, приливают по 10 мл раствора хлористого аммония, 15 мл раствора сульфосалициловой кислоты, по каплям 10%-ный раствор аммиака до появления устойчивой желтой окраски и по 3 мл в избыток. Растворы доливают водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность, как указано в п. 3.2.

В качестве раствора сравнения применяют раствор первой колбы, не содержащий окись железа.

Для построения градуировочного графика берут среднее арифметическое результатов трех измерений оптической плотности каждого раствора.

По полученным средним значениям оптической плотности и известным содержаниям окиси железа строят градуировочный график.

3.4. Для построения второго градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 мл с помощью бюретки приливают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и 10,0 мл стандартного раствора В, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005; 0,00006; 0,00007; 0,00008; 0,00009 и 0,00010 г окиси железа. Далее продолжают, как указано в п. 3.3.

3.5. Определение содержания окиси железа в кислотонерастворимом остатке по ГОСТ 23673.7—79.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси железа, растворимой в соляной кислоте (X) в процентах, вычисляют по формуле

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

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

V — общий объем анализируемого раствора, мл;

V_1 — объем аликвотной части раствора, мл;

m — масса навески доломита, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать 0,05%.

Изменение № 1 ГОСТ 23673.2—79 Доломит для стекольной промышленности. Метод определения содержания окиси железа

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.09.85 № 3038 срок введения установлен

с 01.04.86

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержания», «content».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 5720.

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на $см^3$.

Вводная часть (первый абзац), пункт 3.5. Исключить слово: «содержания».

Пункт 2.1. Восьмой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79;

(Продолжение см. с. 56)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23673.2—79)

девятый абзац. Заменить значение: 1 н. на 0,5 моль/дм³.

Пункт 3.5 после слова «остатке» поставить знак: «—» (тире).

(ИУС № 12 1985 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 23673.2—79 Доломит для стекольной промышленности. Метод определения оксиси железа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 06.12.90 № 3058

Дата введения 01.07.91

Пункт 2.1. Второй абзац изложить в новой редакции: «колориметр фотоэлектрический по ГОСТ 12083—73, снабженный светофильтром с максимумом пропускания $\lambda = 450 \pm 10$ нм»;

шестой абзац. Заменить слова: «20 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 %»;

седьмой, восьмой абзацы. Заменить слова: «10 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %»;

девятый абзац. Заменить слова: «1 н. раствор» на «раствор концентрации 1 моль/дм^3 (1 н.)»;

десятый абзац изложить в новой редакции: «индикатор метиловый красный по нормативно-технической документации, спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1—77»;

одиннадцатый абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 4205—77» на «по нормативно-технической документации».

(ИУС № 3 1991 г.)

gost.e-ecolog.ru