УДК 622.355.5 : 546.723-31.06 : 006.354 Группа А49

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

МЕЛ

Метод определения массовой доли оксида железа (III)

Chalk. Method for determination of iron oxide mass fraction

ГОСТ 21138.8—78

ОКСТУ 0709

Срок действия с 01.07.79
до 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на природный мел и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания окиси железа.

Метод основан на образовании в аммиачной среде окрашенного комплексного соединения трисульфосалацилата железа и фотометрировании окрашенного раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 21138.0—85.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56, ФЭК-60 (или аналогичных типов) или спектрофотометр любого типа;

баню водяную;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 25%-ный раствор;

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

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, 16%-ный раствор и молярности 0,005 М;

кислоту сульфосалициловую по ГОСТ 4478—78, 30%-ный раствор;

аммоний виннокислый по ТУ 6—09—08—2007—89, 25%-ный раствор;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

квасцы железоаммонийные по ТУ 6—09—5359—87;

стандартные растворы оксида железа (III):

раствор А, приготовленный следующим образом: 6,0397 г железоаммонийных квасцов помещают в стакан вместимостью 350—500 см³ и растворяют в 100 см³ воды, подкисленной 25 см³ 16%-ного раствора серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,001 г оксида железа (III). Титр раствора проверяют весовым методом. Для этого из бюретки отмеривают в три стакана вместимостью 300—400 см³ по 5, 15, 25 см³ стандартного раствора А, доливают водой до объема 100—150 см³, нагревают до кипения и осаждают гидроксид железа (III) аммиаком обычным способом. Полученные весовым методом массы оксида железа (III) в граммах делят на количество см³ стандартного раствора, взятого в каждом отдельном случае, и вычисляют среднюю массу оксида железа (III) в граммах в 1 см³ стандартного раствора;

раствор Б готовят следующим образом: пипеткой отбирают 2 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки раствором серной кислоты молярности 0,005 М и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00002 г оксида железа (III).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Построение градуировочного графика

3.1.1. В мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают микробюреткой 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 и 25,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,00002; 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004 и 0,0005 г оксида железа. В каждую колбу приливают по 2 см³ раствора виннокислого аммония, по 15—20 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, раствор аммиака до перехода окраски раствора в желтую и в избыток 5 см³. Растворы в колбах доливают водой до метки и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.1.2. Оптическую плотность растворов измеряют на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр со светопропусканием 450—480 нм (синий светофильтр), в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 20 мм.

В качестве раствора сравнения применяют воду со всеми реактивами, применяемыми в ходе анализа.

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

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

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. От раствора, полученного по ГОСТ 21138.5—78, отбирают пипеткой аликвотную часть раствора объемом 25 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 25 см³ раствора винокислого аммония, 15—20 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, раствор аммиака до появления устойчивой желтой окраски и еще 5 см³ в избыток. Раствор доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность измеряют, как указано в п. 3.1.2.

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

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески пробы, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. При вычислении результатов анализа окончательный результат округляют до 0,01%.

5.3. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать 0,02%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. А. Могиленко (руководитель темы), **Х. Х. Уэмый, Ю. Я. Швиде**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26 апреля 1978 г. № 1112**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13146—67, кроме разд. 3, п. 3.1**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 3760—79	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 4205—77	2.1
ГОСТ 4478—78	2.1
ГОСТ 21138.0—85	1.1
ГОСТ 21138.5—78	4.1
ТУ 6-09—08—2007—89	2.1

5. **Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.06.88 № 2554**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1990 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1988 г. (ИУС 11—88)**

gost.e-ecolog.ru