УДК 666.76:543.06:006.354 Группа И29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 2642.5—86

(СТ СЭВ 970—78, СТ СЭВ 971—78, СТ СЭВ 2888—81)

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ОГНЕУПОРНЫЕ

Методы определения окиси железа

Refractory materials and products. Methods for the determination of iron oxide

ОКСТУ 1509

Взамен ГОСТ 2642.5—81

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1986 г. № 1311 срок действия установлен

с 01.07.87
до 01.07.92

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземо-известковые, магнезиальные, магнезиально-известковые, магнезиально-шпинелидные, магнезиально-силикатные и карбидкремниевые и устанавливает методы определения окиси железа: фотометрический метод с сульфосалициловой кислотой при массовой доле окиси железа от 0,5 до 6%; фотометрические методы при массовой доле окиси железа от 0,01 до 2,5 % с использованием в качестве комплексообразователя 1,10-фенантролина; комплексонометрические методы при массовой доле окиси железа от 0,3 до 10 %; титриметрический титанометрический метод анализа для хромсодержащих огнеупоров без предварительного отделения хрома при массовой доле окиси железа от 2,5 до 20 % и атомно-абсорбционный метод при массовой доле окиси железа от 0,01 до 0,6 %.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 970—78, СТ СЭВ 971—78 и СТ СЭВ 2888—81.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 2642.0—86.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ЖЕЛЕЗА

(при массовой доле окиси железа от 0,5 до 6%)

2.1. Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности образующегося в аммиачной среде комплекса трисульфосалицилата железа при использовании сульфасалициловой кислоты в качестве комплексообразователя.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру нагрева 950—1000 °С.

Тигли платиновые № 100—7 и 100—10 по ГОСТ 6563—75.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоживают при (400±20) °С.

Калий углекислый по ГОСТ 4221—76.

Смесь для сплавления: углекислый натрий тетраборнокислый натрий безводный и углекислый калий смешивают в соотношении 1:1:1.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:9.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1 и 1:3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478—78, раствор 300 г/дм^3.

Аммоний виннокислый средний по ГОСТ 4951—79, раствор 250 г/дм^3.

Железа окись по ГОСТ 4173—77, х. ч. или железо карбонильное по ГОСТ 13610—79.

Стандартный раствор окиси железа: 0,1 г высушенной при (110±5) °С в течение 1 ч окиси железа помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, приливают 50 см^3 соляной кислоты (1:1) и, накрыв колбу, нагревают на водяной бане до полного растворения. Затем раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси железа 0,0001 г/см^3 (раствор А).

Градуировочный стандартный раствор окиси железа: отмеряют пипеткой 20 см^3 стандартного раствора А, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 1 см^3 серной кислоты (1:9) и доводят водой до метки, перемешивают. Градуировочный

стандартный раствор с массовой концентрацией окиси железа 0,00002 г/см³ (раствор Б).

2.3. **Проведение анализа**

2.3.1. Приготовление исходных растворов для проведения анализа

Для получения исходного раствора навеску материала массой 0,25—0,5 г смешивают в платиновом тигле с 3—5 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при температуре (950±50) °С в течение 20—40 мин. Остывший сплав помещают в стакан, в который предварительно налито 60 см³ нагретой до 60—70 °С соляной кислоты (1:3); растворение ведут при нагревании.

Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³ (при необходимости фильтруют), доводят до метки водой и перемешивают (раствор 1).

При проведении анализа кремнеземистых, полукислых и шамотных огнеупоров, содержащих свыше 40% двуокиси кремния, исходный раствор готовят по ГОСТ 2642.4—86, разд. 3.

Полученный раствор охлаждают (при необходимости фильтруют), переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой до метки и перемешивают (раствор 2).

Аликвотные части растворов 1 и 2 используют для определения окиси железа и двуокиси титана фотометрическим методом. Для определения используют также аликвотную часть раствора 1 и 3, полученного по ГОСТ 2642.3—86 или ГОСТ 2642.4—86.

2.3.2. Для определения массовой доли окиси железа отбирают аликвотные части 5 или 10 см³ исходных растворов 1 или 2 в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 2 см³ раствора винно-кислого аммония, 15—20 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, раствор аммиака до появления устойчивой желтой окраски и еще 5 см³ в избыток. Раствор охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 400—450 нм) в кювете с толщиной слоя 30 или 50 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые реактивы.

Массу окиси железа в граммах находят по градуировочному графику.

2.3.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ отмеряют аликвотные части градуировочного стандартного раствора Б: 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 см³, что соответствует 0,00002; 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г окиси железа. Добавляют соответственно: 24,0; 22,5; 20,0; 15,0; 10,0; 5,0 см³ воды.

В каждую колбу прибавляют по 2 см³ раствора виннокислого аммония, 15—20 см³ раствора сульфасалициловой кислоты, раствор аммиака до перехода окраски раствора в желтую и в избыток 5 см³. Растворы в колбах доводят до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 400—450 нм) в кювете с толщиной слоя 30—50 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, содержащий в соответствующих количествах все применяемые растворы.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам окиси железа в граммах строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m \cdot 250 \cdot 100}{V \cdot m_1},$$

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

250 — исходный объем раствора, см³;

V — объем аликвотной части раствора, см³;

m_1 — масса навески, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля окиси железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,3 до 1,0 включ.	0,05
Св. 1,0 » 2,5 »	0,10
» 2,5 » 5,0 »	0,15
» 5,0 » 10,0 »	0,20
» 10,0 » 20,0 »	0,30

3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ЖЕЛЕЗА

(при массовой доле окиси железа от 0,3 до 10%)

3.1. Сущность метода

Метод основан на титровании железа раствором трилона Б при pH 1,5—2,0 в присутствии сульфосалициловой кислоты в качестве индикатора.

3.2. Реактивы и растворы

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор молярной концентрации 0,025 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор молярной концентрации 1 моль/дм³.

Индикаторная бумага конго.

Стандартный раствор окиси железа: 1,0 г окиси железа, высушенной при (110±5) °С в течение 1 ч, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 100 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и, накрыв колбу, нагревают на водяной бане до полного растворения. Затем раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси железа 0,001 г/см³ (раствор В).

Остальные реактивы и растворы — по п. 2.2.

3.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси железа

В коническую колбу вместимостью 300 см³ помещают 20 см³ стандартного раствора окиси железа, приливают примерно 100 см³ воды и 2—3 см³ соляной кислоты. Раствор нагревают до 60—70 °С, нейтрализуют аммиаком до изменения цвета бумаги конго (появления легкой мути), приливают 10 см³ раствора соляной кислоты 1 моль/дм³, несколько капель раствора сульфосалициловой кислоты в качестве индикатора и титруют раствором трилона Б от красно-фиолетовой до соломенно-желтой окраски раствора.

Массовую концентрацию трилона Б (C) в г/см³ окиси железа вычисляют по формуле

$$C = \frac{20 \cdot 0{,}001}{V},$$

где 20 — объем стандартного раствора железа, см³;

0,001 — массовая концентрация стандартного раствора железа, г/см³ окиси железа;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

Выполняют не менее трех титрований и вычисляют средний результат.

3.3. Проведение анализа

Исходные растворы готовят по п. 2.3.1 или по ГОСТ 2642.4—86.

Полученные исходные растворы переводят количественно из стакана в коническую колбу вместимостью 300 см³, нагревают до 60—70 °С и нейтрализуют раствором аммиака до изменения цве-

та бумаги конго (выпадения легкой мути). Затем прибавляют 10 см³ раствора соляной кислоты 1 моль/дм³, несколько капель раствора сульфосалициловой кислоты и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из красно-фиолетовой в соломенно-желтую.

3.4. **Обработка результатов**

3.4.1. Массовую долю окиси железа (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot C \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

C — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см³ окиси железа;

m — масса навески, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

4. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ ТИТАНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ЖЕЛЕЗА

(при массовой доле окиси железа от 2,5 до 20%)

4.1. **Сущность метода**

Метод основан на восстановлении роданидного комплекса железа раствором соли титана (III) (сернокислой или солянокислой). Метод имеет большие преимущества при анализе хромсодержащих огнеупоров, так как не требует предварительного отделения хрома.

4.2. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Установка для хранения раствора сернокислого титана (III) (см. чертеж).

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

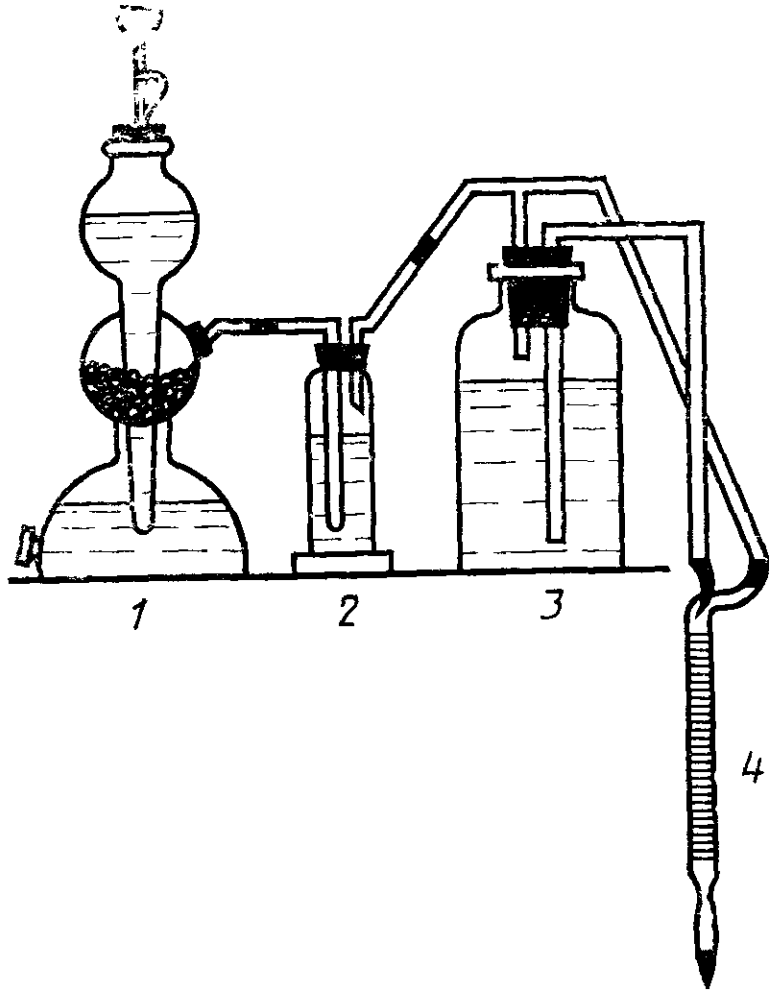
Титан (III) сернокислый (раствор 15%), разбавленный 1:10. На каждый дм³ разбавленного раствора соли титана (III) прибавляют по 10 см³ серной кислоты; раствор хранят в среде водорода или углекислого газа в установке, приведенной на чертеже.

Калий роданистый по ГОСТ 4139—75, раствор 100 г/дм³.

Железа окись по ГОСТ 4173—77, х. ч. или железо карбонильное по ГОСТ 13610—79.

Стандартный раствор окиси железа В (см. п. 3.2).

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.
Тигли платиновые № 100—10 по ГОСТ 6563—75.



1—аппарат Киппа; *2*—промывалка для газа, заполненная раствором сернокислого титана (III) 50 г/дм³; *3*—сосуд с рабочим раствором, *4*—бюретка.

4.2.1. Установка массовой концентрации раствора сернокислого титана (III) по окиси железа

Отмеряют 25 см³ стандартного раствора окиси железа в коническую колбу вместимостью 300 см³, прибавляют 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1), 50—70 см³ воды, 5 см³ раствора роданистого калия, 0,3—0,5 г углекислого натрия и титруют при энергичном перемешивании раствором сернокислого титана (III) до исчезновения красной окраски.

Массовую концентрацию раствора сернокислого титана (III) (C) в г/см³ окиси железа вычисляют по формуле

$$C = \frac{25 \cdot 0{,}001}{V},$$

где 25 — объем стандартного раствора В окиси железа, см³;

0,001 — массовая концентрация стандартного раствора В по окиси железа, г/см³;

V — объем раствора сернокислого титана (III), израсходованный на титрование, см³.

4.3. **Проведение анализа**

Для проведения анализа исходные растворы готовят по п. 2.3.1 (кроме хромсодержащих материалов). После растворения сплавов полученные растворы переводят в конические колбы вместимостью 300 см³.

При анализе хромсодержащих материалов навеску материала массой 0,5 г смешивают в платиновом тигле № 100—10 с 7—10 г пиросернокислого калия и сплавляют в муфельной печи при (900±50) °С до полного разложения пробы. Сплав охлаждают и растворяют горячей водой с добавлением 15—20 см³ соляной кислоты.

В полученные исходные растворы прибавляют по 5 см³ раствора роданистого калия, 0,3—0,5 г углекислого натрия и сразу титруют раствором сернокислого титана (III) до исчезновения красной окраски раствора.

4.4. **Обработка результатов**

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

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

где V_1 — объем раствора сернокислого титана (III), израсходованный на титрование, см³;

C — массовая концентрация раствора сернокислого титана (III), г/см³ окиси железа;

m — масса навески, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ЖЕЛЕЗА

(при массовой доле окиси железа от 0,01 до 0,60%)

5.1. Определение массовой доли окиси железа от 0,01 до 0,60% проводят по ГОСТ 13997.5—84.

5.2. Подготовка исходного раствора к анализу — по п. 2.3.1.

Определение окиси железа допускается проводить из аликвотной части раствора после выделения двуокиси кремния по ГОСТ 2642.3—86 (растворы 1 и 3).

6. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ЖЕЛЕЗА В МАГНЕЗИАЛЬНЫХ И МАГНЕЗИАЛЬНО-ИЗВЕСТКОВЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле окиси железа от 0,01 до 2,5%)

6.1. Сущность метода

Метод основан на предварительном восстановлении общего железа солянокислым гидроксиламином. Двухвалентные ионы железа образуют с 1,10-фенантролином оранжево-красный комплекс, оптическую плотность которого измеряют при длине волны 510 нм или при использовании зеленого светофильтра.

6.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический лабораторный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоживают при (400±20) °С.

Смесь для сплавления: углекислый натрий и тетраборнокислый натрий безводные смешивают в соотношении 2:1.

Гидраксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, раствор 100 г/дм^3.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75 и разбавленная 1:1.

о-фенантролин (1,10-фенантролин): 1,0 г о-фенантролина растворяют в 100 см^3 раствора уксусной кислоты (1:1).

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Универсальная индикаторная бумага.

Буферный раствор pH 6: 140 см^3 уксусной кислоты разбавляют в 1700 см^3 воды, приливают осторожно при постоянном перемешивании 140 см^3 аммиака. Раствор охлаждают, приливают аммиак или уксусную кислоту до установления pH 6 по универсальной индикаторной бумаге.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79 или окись железа по ГОСТ 4173—77, х. ч.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Стандартный раствор окиси железа: 0,6995 г железа (или 1,000 г окиси железа) помещают в колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 раствора соляной кислоты (1:1). Добавляют несколько капель раствора перекиси водорода и нагревают раствор до кипения. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси железа 0,001 г/см^3 (раствор А).

Стандартный раствор окиси железа: отмеряют пипеткой 50 см^3 стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный

раствор с массовой концентрацией окиси железа 0,0001 г/см³ (раствор Б).

Градуировочный стандартный раствор окиси железа: отмеряют пипеткой 50 см³ стандартного раствора Б в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Градуировочный стандартный раствор с массовой концентрацией окиси железа 0,000010 г/см³ (раствор В).

6.3. **Проведение анализа**

6.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г обожженного материала или 1,0 г сырья помещают в платиновый тигель, добавляют 2—3 г смеси для сплавления и сплавляют при (1000±50) °С. Сплав растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты (1:1) при нагревании. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ отмеряют пипеткой аликвотную часть раствора от 10 до 50 см³, в которой должно быть не менее 0,00001 г окиси железа.

Для определения может быть использована аликвотная часть исходного раствора (фильтрата) после выделения двуокиси кремния по ГОСТ 2642.3—86 (раствор 1).

К аликвотной части раствора добавляют 2 см³ раствора гидроксиламина солянокислого и 5 см³ раствора о-фенантролина. Прибавляют буферный раствор до pH 3,5 (по универсальной индикаторной бумаге). Оставляют стоять раствор 15 мин, затем доводят водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора при 510 нм или при использовании зеленого светофильтра. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые реактивы. Массу окиси железа в граммах находят по градуировочному графику, который строят в тех же условиях.

6.3.2. Для построения градуировочного графика в восемь из девяти мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0; 40,0; 50,0 см³ градуировочного раствора В. Во все колбы добавляют по 2 см³ раствора гидроксиламина солянокислого и далее поступают, как указано в п. 6.3.1. По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам окиси железа в граммах строят градуировочный график.

6.4. **Обработка результатов**

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

$$X_3 = \frac{m \cdot V}{m_1 \cdot V_1} \cdot 100,$$

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

V — общий объем исходного раствора, см³;

m_1 — масса навески, г.

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

6.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля окиси железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,01 до 0,10 включ.	0,005
Св. 0,10 » 0,50 »	0,01
» 0,5 » 1,0 »	0,02
» 1,0 » 2,5 »	0,05

7. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ЖЕЛЕЗА В МАГНЕЗИАЛЬНЫХ И МАГНЕЗИАЛЬНО-ИЗВЕСТКОВЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле окиси железа свыше 2%)

7.1. Сущность метода

Массовую долю окиси железа определяют методом комплексонометрического титрования раствором трилона Б при pH 2 с использованием в качестве индикатора салициловой кислоты.

7.2. Реактивы и растворы

Тигли серебряные № 102—8 по ГОСТ 6563—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1 и 1:10.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1 и 1:10.

Универсальная индикаторная бумага.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79 или окисиь железа по ГОСТ 4173—77, х. ч.

Кислота салициловая по ГОСТ 624—70, спиртовой раствор 100 г/дм^3.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоживают при (400±20) °С.

Смесь для сплавления, состоящая из натрия углекислого и натрия тетраборнокислого безводных в соотношении 2:1.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор молярной концентрации 0,05 моль/дм^3: 18,613 г трилона Б раство-

ряют в воде, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой, перемешивают.

Массовую концентрацию 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б устанавливают по металлическому железу или окиси железа.

7.2.1. Установка массовой концентрации раствора трилона Б по окиси железа

Точную навеску металлического железа массой около 0,1 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, добавляют 25 см³ раствора соляной кислоты (1:1), накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. После растворения добавляют постепенно 2 см³ перекиси водорода и кипятят 2—3 мин.

Раствор разбавляют водой до 100 см³, нагревают до температуры 60°С. Приливают по каплям раствор аммиака (1:1) до появления легкой мути. Образовавшийся осадок растворяют примерно в 10 см³ раствора соляной кислоты (1:10) до установления pH 2 (по универсальной индикаторной бумаге). Добавляют 1 см³ раствора салициловой кислоты и, если необходимо, несколько капель разбавленного раствора аммиака (1:10) до получения красно-фиолетовой окраски. Полученный красно-фиолетовый комплекс железа медленно титруют 0,05 моль/дм³ раствором трилона Б до лимонно-желтой окраски раствора. Перед концом титрования добавляют еще несколько капель раствора салициловой кислоты для контроля точки эквивалентности.

Массовую концентрацию 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б (C) по окиси железа в г/см³ окиси железа вычисляют по формуле

$$C = \frac{m \cdot 1,4298}{V}, \qquad (1)$$

где m — масса навески металлического железа, г;

1,4298 — коэффициент пересчета железа на окись железа;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

Теоретическая массовая концентрация 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б по окиси железа, выраженная в г/см³ окиси железа, равна 0,0039925.

7.3. Проведение анализа

Навеску обожженных материалов массой 0,5 г или сырья 1,0 г растворяют при нагревании в 20 см³ соляной кислоты (1:1) в стакане вместимостью 400 см³ при нагревании. После растворения пробы добавляют постепенно 2 см³ раствора перекиси водорода и кипятят 3—5 мин. Горячий раствор фильтруют через фильтр средней плотности. Фильтрат собирают в стакан вместимостью 400 см³. Стенки стакана и фильтр обмывают горячей водой, фильтр с нерастворимым осадком помещают в серебряный тигель, озоляют, добавляют 5—6 г гидроокиси калия и нагревают на маленьком пламени горелки до плавления. Затем повы-

шают температуру и выдерживают 2—3 мин. Охлажденный сплав растворяют водой и присоединяют к фильтрату.

Стакан, содержащий раствор, накрывают часовым стеклом и нагревают при температуре 60°С. Далее анализ проводят, как указано в п. 7.2.1.

Для определения окиси железа допускается разложение пробы по п. 6.3.1, а также может быть использована аликвотная часть раствора (фильтрата) после выделения двуокиси кремния по ГОСТ 2642.3—86. В этом случае в стакан вместимостью 400 см³ отмеряют аликвотную часть раствора 1, равную 100 см³. Раствор нагревают при температуре 60°С. Далее поступают, как указано в п. 7.2.1.

7.4. Обработка результатов

7.4.1. Массовую долю окиси железа (X_4) в процентах, определенную из отдельной навески, вычисляют по формуле (2), а определенную из аликвотной части раствора после выделения двуокиси кремния — по формуле (3):

$$X_4 = \frac{V_1 \cdot C}{m_1} \cdot 100; \qquad (2)$$

$$X_4 = \frac{V_1 \cdot C \cdot V_2}{m_1 \cdot V_3} \cdot 100, \qquad (3)$$

где V_1 — объем 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

C — массовая концентрация 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б, г/см³ окиси железа;

m_1 — масса навески, г.

V_2 — общий объем исходного раствора, см³;

V_3 — объем аликвотной части исходного раствора, см³;

7.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля окиси железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 2,0 до 5,0 включ.	0,18
Св. 5,0	0,25

8. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ЖЕЛЕЗА В АЛЮМОСИЛИКАТНЫХ, КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ И КАРБИДКРЕМНИЕВЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле окиси железа от 0,01 до 2,5%)

8.1. Метод распространяется на огнеупорные глины, каолины, шамотные, графито-шамотные и полукислые изделия, а также алюмосиликатные и глиноземистые материалы и изделия с массовой долей окиси алюминия до 95%, на кремнеземистые огнеупорные материалы и изделия с массовой долей двуокиси кремния 80% и более и на огнеупорные материалы и изделия, содержащие карбид кремния.

8.2. **Сущность метода**

Метод основан на разложении пробы смесью фтористоводородной и серной кислот, удалении двуокиси кремния, восстановлении находящегося в растворе железа солянокислым гидроксиламином и фотометрическом измерении окраски комплекса ионов двухвалентного железа с 1,10-фенантролином при длине волны 510 нм.

8.3. **Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический лабораторный.

Чашка платиновая № 118—3 по ГОСТ 6563—75.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:4.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Остальные применяемые растворы и реактивы, приготовление стандартных растворов окиси железа — по п. 6.2.

8.4. **Проведение анализа**

Навеску пробы массой 0,5 г помещают в платиновую чашку вместимостью около 50 $см^3$.

В случае присутствия в пробе свободного углерода или значительного количества органических веществ навеску прокаливают в окислительной среде от 0,5 до 1 ч при температуре (700±20) °С. Затем пробу в чашке увлажняют несколькими каплями воды, прибавляют 1 $см^3$ серной кислоты и 10 $см^3$ раствора фтористоводородной кислоты и осторожно упаривают содержимое чашки без кипения до возникновения паров серной кислоты. Чашку охлаждают, прибавляют 10 $см^3$ раствора фтористоводородной кислоты и снова упаривают до появления паров серной кислоты. После охлаждения увлажняют стенки чашки 2 $см^3$ раствора серной кислоты и продолжают упаривание до прекращения выделения белых паров. Чашку с сухим остатком осторожно прокаливают при температуре не выше (600±20)°С, а затем охлаждают, прибавляют 5 $см^3$ соляной кислоты и 20 $см^3$ воды. Содержимое чашки умеренно нагревают, при перемешивании, до получения прозрачного раствора, после чего раствор фильт-

руют через плотный фильтр, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 250 см³. Фильтр промывают горячей водой. Фильтрат в колбе охлаждают до комнатной температуры, доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ отмеряют пипеткой аликвотную часть полученного исходного раствора от 10 до 50 см³, в которой должно быть от 0,000010 до 0,000050 г окиси железа.

Для проведения определения массовой доли окиси железа может быть использована также аликвотная часть исходного раствора (фильтрата) после выделения двуокиси кремния, полученного по ГОСТ 2642.3—86, разд. 8, 10.

Для определения массовой доли окиси железа в огнеупорных материалах и изделиях, содержащих карбид кремния, используется аликвотная часть исходного раствора (фильтрата) после удаления двуокиси кремния по ГОСТ 10153—70.

Далее анализ проводят по п. 6.3, включая метод построения градуировочного графика.

8.5. **Обработка результатов**

8.5.1. Обработка результатов анализа — по п. 6.4.1.

8.5.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, указанных в табл. 2.

9. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ЖЕЛЕЗА В АЛЮМОСИЛИКАТНЫХ КРЕМНЕЗЕМИСТЫХ И КАРБИДКРЕМНИЕВЫХ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛАХ И ИЗДЕЛИЯХ

(при массовой доле окиси железа свыше 1%)

Метод распространяется на огнеупорные глины, каолины, шамотные, графито-шамотные и полукислые изделия, а также алюмосиликатные и глиноземистые материалы и изделия с массовой долей окиси алюминия до 95%, на кремнеземистые огнеупорные материалы и изделия с массовой долей двуокиси кремния 80% и более и на огнеупорные материалы и изделия, содержащие карбид кремния.

9.1. **Сущность метода**

Метод основан на разложении пробы сплавлением со смесью углекислого натрия и тетраборнокислого натрия, выщелачивании сплава раствором соляной кислоты и комплексонометрическом титровании железа при pH 2 в присутствии индикатора салициловой кислоты.

9.2. **Реактивы и растворы**

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоживают в платиновой чашке на электрической плитке и потом в электрической печи при постепенном повышении температуры

от 600 до (900±50) °С. Полученный плавленый тетраборнокислый натрий осаждают, растирают в порошок и сохраняют в банке для сыпучего материала или в эксикаторе.

Смесь для сплавления: углекислый натрий и тетраборнокислый натрий безводные смешивают в соотношении 2:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 1:1 и 1:10.

Кислота салициловая по ГОСТ 624—70, раствор 100 г/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72.

Железо (карбонильное) 99,99 или окись железа по ГОСТ 4173—77, х. ч.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Универсальная индикаторная бумага.

Стандартный раствор окиси железа: 0,6995 г железа или 1,0000 г окиси железа, предварительно высушенной при (110±5) °С до постоянной массы, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и растворяют в 100 см^3 раствора соляной кислоты. Добавляют несколько капель раствора перекиси водорода и нагревают раствор до кипения.

После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор с массовой концентрацией окиси железа 0,001 г/см^3.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор молярной концентрации 0,025 моль/дм^3: 9,307 г трилона Б растворяют в 300 см^3 воды. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой, перемешивают.

Массовую концентрацию раствора трилона Б устанавливают по стандартному раствору окиси железа. Для этого в коническую колбу вместимостью 300 см^3 отбирают из бюретки 40 см^3 стандартного раствора окиси железа, раствор разбавляют водой до 200 см^3, прибавляют 1 см^3 раствора салициловой кислоты и осторожно нейтрализуют избыток соляной кислоты раствором аммиака (1:1) до появления слабой фиолетовой окраски; затем прибавляют по каплям раствор аммиака (1:10) до получения pH 2 по универсальной индикаторной бумаге. Красно-фиолетовый раствор нагревают до температуры 40 °С и титруют раствором трилона Б до лимонно-желтой окраски. Перед концом титрования раствор трилона Б вводят очень медленно, ожидая 15 с после добавления каждой капли.

Массовую концентрацию раствора трилона Б (C) в г/см^3 окиси железа вычисляют по формуле

$$C = \frac{40 \cdot 0{,}001}{V},$$

где 40 — объем стандартного раствора окиси железа, $см^3$;

0,001 — массовая концентрация стандартного раствора, $г/см^3$ окиси железа;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, $см^3$.

9.3. **Проведение анализа**

9.3.1. Навеску пробы массой 0,5 г помещают в платиновый тигель и, если анализируемый материал содержит много органических веществ или свободный углерод, прокаливают от 0,5 до 1 ч при температуре (700±20) °С в окислительной среде. Пробу смешивают с 8 г смеси для сплавления, помещают тигель, накрытый платиновой крышкой, в муфельную печь, нагретую до 700 °С, и регулируют нагрев так, чтобы в течение 15 мин температура поднялась до (900±50) °С.

Если за этот отрезок времени проба не разложилась полностью, сплавление продолжают при более высокой температуре.

Тигель со сплавом охлаждают до 100 °С и помещают в накрытый часовым стеклом стакан вместимостью 400 $см^3$, содержащий 50 $см^3$ соляной кислоты. Во избежание выделения кремниевой кислоты сплав разлагают без нагревания или при слабом нагревании.

Часовое стекло и тигель ополаскивают водой над стаканом, переводят раствор в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ и разбавляют водой до 200 $см^3$. Затем прибавляют 1 $см^3$ салициловой кислоты и нейтрализуют осторожно аммиаком (1:1) до появления слабой фиолетовой окраски. Если нейтрализуемый раствор нагревается, что может вызвать выделение кремниевой кислоты, его периодически охлаждают водой под краном.

Нейтрализацию заканчивают, прибавляя по каплям раствор аммиака (1:10) до получения pH 2 по универсальной индикаторной бумаге.

Полученный раствор доводят до 40°С и титруют раствором трилона Б из микробюретки или из бюретки с ценой делений 0,05 $см^3$ до чистой лимонно-желтой окраски. В конце титрования титрант вводят очень медленно, ожидая 15 с после добавления каждой капли.

Допускается индикация эквивалентной точки электрометрическим методом.

9.3.2. Для определения массовой доли окиси железа может быть также использована аликвотная часть исходного фильтрата после отделения двуокиси кремния, полученного по ГОСТ 2642.3—86, разд. 8.

В этом случае в коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ помещают аликвотную часть раствора, равную 200 $см^3$, прибавляют 1 $см^3$ салициловой кислоты и далее анализ проводят по п. 9.3.1.

9.4. **Обработка результатов**

9.4.1. Массовую долю окиси железа (X_5) в процентах, определенную из отдельной навески пробы, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{V_1 \cdot C}{m} \cdot 100,$$

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

C — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см^3 окиси железа;

m — масса навески, г.

9.4.2. Массовую долю окиси железа (X_6) в процентах, определенную из аликвотной части раствора после отделения двуокиси кремния, вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{V_2 \cdot C \cdot 500}{m_1 \cdot 200} \cdot 100,$$

где V_2 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3;

C — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см^3 окиси железа;

500 — общий объем исходного раствора, см^3;

200 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m_1 — масса исходной навески, г.

9.4.3. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля окиси железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
Св. 1,0 до 2,0 включ.	0,10
» 2,0	0,20

Изменение № 1 ГОСТ 2642.5—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси железа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 25.10.89 № 3174
Дата введения 01.07.90

На обложке, первой странице и вводной части стандарта заменить обозначение **СТ СЭВ 971—78 на СТ СЭВ 971—88.**

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «комплексонометрический метод для магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалов и изделий при массовой доле окиси железа свыше 2 % и атомно-абсорбционный метод для магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалов и изделий при массовой доле окиси железа свыше 0,01 до 12 %»

Пункты 2.2, 4.2, 6.2, 7.2, 9.2 Исключить ссылку: ГОСТ 4173—77.

Пункт 7.2. Третий абзац исключить;

дополнить абзацем (после седьмого): «Стандартный раствор железа. 0,6995 г железа или 1,000 г окиси железа, предварительно высушенной при температуре 105 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 100 см³ раствора соляной кислоты 1:1 при нагревании. Добавляют постепенно 5 см³ раствора перекиси водорода и кипятят 15 мин. После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и тщательно перемешивают. 1 см³ стандартного раствора содержит 0,0010 г окиси железа»;

восьмой абзац. Заменить слова: «раствор 100 г/дм³» на «раствор с массовой долей 10 %».

девятый абзац дополнить словами «раствор с массовой долей 30 %».

заменить ссылку: ГОСТ 6563—77 на ГОСТ 6563—75

Пункт 7.2.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «В стакан вместимостью 400 см³ помещают 50 см³ стандартного раствора железа, разбавляют водой до 100 см³ и нагревают до температуры 60 °С. Приливают по каплям раствор аммиака 1:1 до выпадения первого осадка гидроокисей»;

второй абзац. Исключить слова: «Раствор разбавляют водой до 100 см³, нагревают до температуры 60 °С. Приливают по каплям раствор аммиака (1:1) до появления легкой мути»;

заменить слова: «красно-фиолетовой окраски» на «интенсивной красно-фиолетовой окраски (без появления легкой мути)»;

дополнить абзацем (после второго): «Для разложения нерастворившегося остатка может быть также использована смесь для сплавления в количестве 1—2 г»;

третий абзац. Формулу и экспликацию изложить в новой редакции:

$$C = \frac{50 \cdot 0{,}001}{V},$$

где 50 — объем стандартного раствора железа, см³;

0,001 — масса окиси железа в 1 см³ стандартного раствора железа, г;

(Продолжение см. с. 236)

V_1 — объем 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б, израсходованного на титрование, см³»

Пункт 7.3 Первый абзац. Заменить слова и значения: «400 см³ при нагревании» на «100 см³ при нагревании»; 3 - 5 на 5; 2—3 на 2 - 5; «растворяют водой» на «выщелачивают водой»; исключить слово. «озоляют»;

второй, третий абзацы. Заменить слова: «при температуре 60 °С» на «до температуры 60 °С»

Пункт 7.4.1 изложить в новой редакции: «7.4.1. Массовую долю окиси железа (X_4) в процентах, определенную из отдельной навески, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{V_1 \cdot C}{m} \cdot 100,$$

а определенную из аликвотной части раствора после выделения двуокиси кремния по формуле

$$X_4 = \frac{V_1 \cdot C \cdot V_2}{m \cdot V_3} \cdot 100,$$

где V_1 — объем 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

C — массовая концентрация 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б, г/см³ окиси железа;

m — масса навески, г;

V_2 — общий объем исходного раствора, см³;

V_3 — объем аликвотной части исходного раствора, см³».

Пункт 7.4.2. Таблицу 3 изложить в новой редакции.

Таблица 3

Массовая доля окиси железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,01 до 0,02 включ.	0,002
Св. 0,02 » 0,05 »	0,003
» 0,05 » 0,10 »	0,005
» 0,10 » 0,20 »	0,007
» 0,20 » 0,50 »	0,01
» 0,50 » 1,0 »	0,02
» 1,0 » 2,0 »	0,05
» 2,0 » 5,0 »	0,15
» 5,0	0,20

Пункт 9.2. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

(Продолжение см. с. 237)

Стандарт дополнить разделом — 10:

«10. Атомно-абсорбционный метод определения окиси железа в магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле окиси железа свыше 0,01 до 12 %)

10.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции раствора пробы в пламени воздух-ацетилен при резонансной длине волны 248,3 нм.

10.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для железа.

Тигли платиновые и серебряные по ГОСТ 6563—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 1:1 и 1:4.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76 обезвоживают при температуре (400±20) °С.

Смесь для сплавления: углекислый натрий и тетраборнокислый натрий смешивают в соотношении 2:1

Натрия перекись.

Магния окись по ГОСТ 4526—75.

Растворы окиси магния

Раствор А: в стакан вместимостью 400 см³ взвешивают 5,0 г окиси магния Осторожно добавляют 100 см³ раствора соляной кислоты 1:1 и нагревают до растворения. Затем приблизительно в 150 см³ воды растворяют 5,0 г углекислого натрия и 9,5 г тетраборнокислого натрия. Раствор осторожно подкисляют 150 см³ соляной кислоты 1:1. Углекислый газ удаляют кипячением. Растворы охлаждают, соединяют и переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Раствор Б в стакан вместимостью 400 см³ взвешивают 5,0 г окиси магния. Осторожно добавляют 220 см³ раствора соляной кислоты 1:4 и нагревают до растворения. Затем в 100 см³ воды растворяют 20 г перекиси натрия. Растворы соединяют, нагревают 5—10 мин до кипения, затем раствор охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 30 %.

Стандартный раствор окиси железа: 0,6995 г металлического железа растворяют в 100 см³ раствора соляной кислоты 1:1 в стакане вместимостью 400 см³ при нагревании. Добавляют 1—2 см³ раствора перекиси водорода и кипятят 10 мин. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см³ стандартного раствора содержит 1,000 мг окиси железа.

Разбавленный стандартный раствор окиси железа: отбирают пипеткой 50 см³ стандартного раствора окиси железа в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 20 см³ раствора соляной кислоты 1:1, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. 1 см³ разбавленного раствора содержит 0,100 мг окиси железа.

10.3. Подготовка к анализу

10.3.1. Кислотное растворение пробы с последующим сплавлением нерастворившегося остатка в смеси для сплавления.

Навеску пробы массой 1,0 г сырья или 0,5 г обожженного материала помещают в стакан вместимостью 100 см³, добавляют несколько капель воды и затем 20 см³ раствора соляной кислоты 1:1. Накрывают стакан часовым стеклом и растворяют при нагревании. Горячий раствор фильтруют через фильтр средней плотности. Стенки стакана и фильтр обмывают горячей водой, фильтр и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³.

(Продолжение см. с. 238)

Фильтр с нерастворимым остатком помещают в платиновый тигель и осторожно озоляют. Остаток в тигле сплавляют с 1,0 г смеси для сплавления на пламени горелки.

Охлажденный сплав растворяют в 5 или максимально 10 см³ раствора соляной кислоты 1:1 без нагревания и добавляют в мерную колбу. Содержимое колбы доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

10.3.2. Разложение пробы спеканием с перекисью натрия. Навеску пробы массой 2,5 г сырья или 1,25 г обожженного материала тщательно перемешивают в серебряном или платиновом тигле с 5 г перекиси натрия. Тигель накрывают крышкой, переносят в электрическую печь с автоматической регулировкой температуры и нагревают при температуре (490±10) °С в течение 5—7 мин.

После охлаждения содержимое тигля переносят в стакан вместимостью 600 см³ и приливают 100 см³ воды для выщелачивания спеченной пробы. Остаток пробы на стенках тигля растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты 1:4 и добавляют в стакан с пробой. Тигель с крышкой ополаскивают водой, стакан накрывают часовым стеклом и приливают 35 см³ раствора соляной кислоты 1:4. Содержимое стакана нагревают 5—10 мин до растворения и удаления углекислого газа. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и тщательно перемешивают. Если раствор мутный, то нужно аликвотную часть раствора фильтровать через сухой фильтр в сухой стакан. Первые две порции отбрасывают и остаточную часть фильтрата используют для определения.

Аналогичным образом выполняют подготовку контрольного опыта на применяемые реактивы.

10.4. Проведение анализа

Из раствора пробы, приготовленного по п. 10.3.1 или по п. 10.3.2, отбирают пипеткой 10 см³ в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты 1:1, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Раствор распыляют в воздушно-ацетиленовом пламени. Используют резонансную длину волны 248,2 нм.

Записывают значения сигнала из трех измерений. Одновременно с анализом пробы градуируют прибор по стандартным растворам или растворам стандартных образцов, приготовленным по п. 10.3.1 или п. 10.3.2.

Если в пробе требуется также определение содержания окиси кальция, анализ возможно выполнять по ГОСТ 2642.7—86.

При определении высоких концентраций окиси железа разложение пробы следует проводить с использованием меньшей навески, или разбавлять основной раствор пробы водой в другом соотношении, или определять окись железа по линиям с меньшей чувствительностью.

10.5. Для градуировки прибора прямо в единицах концентрации или для построения градуировочного графика готовят стандартные растворы в концентрационном диапазоне 1,0—25,0 мг/см³ окиси железа.

Затем в 6 из 7 мерных колб вместимостью по 250 см³ отмеряют из бюретки 2,5; 12,5; 25,0; 37,5; 50,0; 62,5 см³ разбавленного стандартного раствора окиси железа. Во все колбы добавляют по 2 см³ раствора соляной кислоты 1:1,5 см³ раствора окиси магния А или Б в зависимости от способа разложения пробы, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Измерение значений атомной абсорбции стандартных растворов проводят непосредственно перед измерением атомной абсорбции в растворе пробы и повторяют после окончания измерений в тех же условиях. На основе полученных средних результатов строят градуировочный график.

Рекомендуется для градуировки использовать раствор стандартных образцов, приготовленный по применяемому способу разложения пробы.

В процессе измерения атомной абсорбции неоднократно проверяют правильность результатов измерений по растворам стандартных образцов.

Параллельно с измерением атомной абсорбции растворов проб и стандартных растворов измеряют атомную абсорбцию раствора контрольного опыта.

(Продолжение см. с. 239)

Наибольшая концентрация стандартного раствора имеет только информационное значение, так как приборы, имеющие корректор кривизны, позволяют измерять более высокие концентрации

10.6. Обработка результатов

10.6.1 Массовую долю окиси железа (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{C \cdot Z \cdot V \cdot 10^{-4}}{m},$$

(Продолжение см. с. 240)

где C — массовая концентрация окиси железа, найденная по градуировочному графику или отсчитанная по прибору с цифровым отсчетом показаний с учетом контрольного опыта, мг/см^3;

Z — фактор разбавления основного раствора пробы;

V — общий объем разбавленного раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г

10.6.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3»

(ИУС № 1 1990 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 2642.5—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси железа

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 07.02.92 № 117

Дата введения 01.07.92

Наименование стандарта изложить в новой редакции: **«Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения окиси железа**

Refractories and refractory raw materials. Methods for the determination of iron oxide».

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначения: **(СТ СЭВ 970—78, СТ СЭВ 971—88, СТ СЭВ 2888—81).**

Вводная часть Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземоизвестковые, высокомагнезиальные, магнезиально-известковые, магнезиально-шпинелидные, магнезиально-силикатные и карбидкремниевые и устанавливает методы определения окиси железа:

фотометрические при массовых долях окиси железа от 0,05 до 6 % и от 0,01 до 2,5 %, от 0,01 до 2,5 % для высокомагнезиальных, магнезиально-известковых, алюмосиликатных, кремнеземистых и карбидкремниевых, от 0,01 до 0,6 % (металлическое железо) для муллитовых, муллитокорундовых и корундовых;

комплексонометрические при массовых долях окиси железа от 0,3 до 10 %, свыше 2 % для высокомагнезиальных и магнезиально-известковых и свыше 1 % для алюмосиликатных, кремнеземистых и карбидкремниевых;

титриметрический титанометрический при массовой доле окиси железа от 2,5 до 20 %;

атомно-абсорбционные при массовых долях окиси железа от 0,01 до 10 % и от 0,01 до 12 % для высокомагнезиальных и магнезиально-известковых»;

второй абзац исключить.

Раздел 2. Наименование. Заменить значение: 0,5 на 0,05.

Пункт 2.2. Третий абзац дополнить словами: «или спектрофотометр»;

заменить слова: «раствор 300 г/дм³» на «раствор с массовой долей 30 %»; «ГОСТ 4951—79, раствор 250 г/дм³» на «ТУ 6—09—08—2007—89, раствор с массовой долей 25 %».

Пункт 2.3.1. Второй, четвертый абзацы. Исключить слова: «(при необходимости фильтруют)»;

третий, пятый абзацы изложить в новой редакции: «При проведении анализа кремнеземистых, полукислых, шамотных огнеупоров и огнеупорных глин с массовой долей двуокиси кремния свыше 40 % исходный раствор готовят по ГОСТ 2642.4—86 (п. 3.3.1).

Для определения окиси железа можно использовать аликвотную часть раствора, полученного по ГОСТ 2642.3—86 (разд. 2, 5)».

Пункт 2.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Для определения массовой доли окиси железа отбирают аликвотную часть исходных растворов 1 или 2, приведенных в табл. 1а.

Таблица 1а

Массовая доля окиси железа, %	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,05 до 1,00 включ.	25
Св. 1,00 » 3,00 »	10
» 3,00 » 6,00 »	5

(Продолжение см. с. 126)

Аликвотную часть раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 2 см³ винно-кислого аммония, 15 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, раствор аммиака до появления устойчивой желтой окраски и еще 3 см³ в избыток. Раствор охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают; в случае выпадения осадка раствор следует отфильтровать».

Пункт 2.3.3. Первый абзац дополнить значениями: 30,0 (после 25,0), 0,0006 (после 0,0005); исключить слова: «Добавляют соответственно: 24,0; 22,5; 20,0; 15,0; 10,0; 5,0 см³ воды»;

второй абзац. Заменить значения: 15—20 на 15; 5 на 3.

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси железа приведены в табл. 1.

Пункт 3.3. Первый абзац дополнить словами: «(пп. 3.3.1, 3.3.2, 3.3.4.3)»;

второй абзац. Исключить слова: «переводят количественно из стакана в коническую колбу вместимостью 300 см³».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси железа приведены в табл. 1».

Таблица 1

Массовая доля окиси железа, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %			
	Δ	$d_к$	d_2	δ
От 0,01 до 0,02 включ.	0,007	0,009	0,008	0,005
Св. 0,02 » 0,05 »	0,011	0,014	0,012	0,007
» 0,05 » 0,1 »	0,016	0,020	0,017	0,011
» 0,1 » 0,2 »	0,022	0,028	0,023	0,014
» 0,2 » 0,5 »	0,04	0,05	0,01	0,02
» 0,5 » 1,0 »	0,05	0,06	0,05	0,03
» 1 » 2 »	0,07	0,09	0,08	0,05
» 2 » 5 »	0,11	0,14	0,12	0,07
» 5 » 10 »	0,16	0,20	0,17	0,11
» 10 » 20 »	0,22	0,28	0,23	0,14

Пункт 4.2. Заменить слова: «раствор 100 г/дм³» на «раствор с массовой долей 10 %».

Пункт 4.4.2 изложить в новой редакции: «4.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси железа приведены в табл. 1».

Раздел 5. Наименование изложить в новой редакции: **«5. Фотометрический метод определения окиси железа (при массовой доле окиси железа от 0,01 до 2,5 %)».**

Пункт 5.1. Заменить значение: 0,60 на 2,5; дополнить словами: «разд. 2».

Пункт 5.2. Первый абзац дополнить словами: «При массовой доле окиси железа до 0,5 % отбирается аликвотная часть раствора объемом 25 см³, а свыше 0,5 % — 10 см³».

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.3: «5.3. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси железа приведены в табл. 1».

Разделы 6, 7, 10. Наименование. Заменить слово: **«магнезиальных»** на **«высокомагнезиальных».**

Пункты 6.4.2, 7.4.2, 8.5.2, 9.4.3, 10.6.2 изложить в новой редакции: «6.4.2 (7.4.2, 8.5.2, 9.4.3, 10.6.2). Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси железа приведены в табл. 1».

Стандарт дополнить разделами — 11, 12:

(Продолжение см. с. 127)

«11. Атомно-абсорбционный метод определения окиси железа (при массовой доле окиси железа от 0,01 до 10 %)

11.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции железа в пламени воздух-ацетилен при длине волны 248,3 нм.

11.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для железа.

Фоновый раствор: около 5 г смеси для сплавления растворяют в 60 см³ раствора соляной кислоты (1:3). Затем раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор окиси железа и остальные реактивы по п. 2.2.

11.3. Проведение анализа

11.3.1. Приготовление исходных растворов для проведения анализа проводят по п. 2.3.1.

11.3.2. Для определения массовой доли окиси железа аликвотную часть раствора от 5 до 50 см³ (в зависимости от массовой доли окиси железа) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию железа в пламени воздух-ацетилен при длине волны 248,3 нм.

Массу окиси железа в граммах находят по градуировочному графику.

11.3.3. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 100 см³ отмеряют аликвотные части градуировочного стандартного раствора Б: 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 см³, что соответствует 0,00002; 0,00005; 0,0001; 0,0002;

(Продолжение см. с. 128)

0,0003; 0,0004; 0,0005 г окиси железа, приливают по 25 см³ фонового раствора, доводят водой до метки, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию железа в пламени воздух-ацетилен при длине волны 248,3 нм.

По найденным значениям абсорбции за вычетом абсорбции контрольного опыта и соответствующим им массам окиси железа в граммах строят градуировочный график. Градуировочный график строят с каждой партией проб.

11.4. Обработка результатов

11.4.1. Массовую долю окиси железа (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

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

m — масса навески, содержащаяся в 100 см³ конечного раствора, г.

11.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси железа приведены в табл. 1.

12. Фотометрический метод определения массовой доли металлического железа для муллитовых, муллитокорундовых и корундовых огнеупорных материалов и изделий (при массовой доле металлического железа от 0,01 до 0,6 %)

12.1. Определение массовой доли металлического железа проводят по ГОСТ 13997.5—84 (разд. 3).

12.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли металлического железа в пересчете на окись железа приведены в табл. 2.

(ИУС № 5 1992 г.)

gost.e-ecolog.ru