МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 2642.5— 2016

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Методы определения оксида железа (III)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Научно-технический центр «Огнеупоры» (ООО «НТЦ «Огнеупоры»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протоколом от 29 февраля 2016 г. № 85-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 июня 2016 г. № 608-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 2642.5—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 2642.5—97

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 2
4 Требования безопасности 2
5 Фотометрический метод определения оксида железа (III) с сульфосалициловой кислотой (при массовой доле от 0,05 % до 6 %) 2
6 Фотометрический метод определения оксида железа (III) с *о*-фенантролином (при массовой доле от 0,01 % до 2,5 %) 5
7 Фотометрический метод определения металлического железа (при массовой доле от 0,01 % до 0,6 %) 6
8 Комплексонометрический метод определения оксида железа (III) (при массовой доле от 0,3 % до 10 %) 7
9 Титриметрический титанометрический метод определения оксида железа (III) (при массовой доле от 2,5 % до 20 %) 8
10 Атомно-абсорбционный метод определения оксида железа (III) (при массовой доле от 0,01 % до 10 %) 10
11 Обработка результатов определений 10
12 Протокол испытания 12
Приложение А (обязательное) Фотометрический метод определения оксида железа (III) с *о*-фенантролином (при массовой доле от 0,04 % до 0,4 %) 13

Поправка к ГОСТ 2642.5—2016 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида железа (III)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Подпункт 5.4.1.1, формула (4)	$B = \frac{n\sum m_i \sum \overline{D}_i - \sum m_i \sum m_i \overline{D_i}}{n\sum m_i^2 - \left(\sum m_i\right)^2},$	$B = \frac{n\sum m_i \sum \overline{D}_i - \sum m_i \sum \overline{D_i}}{n\sum m_i^2 - \left(\sum m_i\right)^2},$

(ИУС № 6 2021 г.)

МКС 81.080

Поправка к ГОСТ 2642.5—2016 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида железа (III) (см. Поправку, опубликованную в ИУС № 6—2021)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Графа «Должно быть». Формула (4)	$B = \frac{n\sum m_i \sum \overline{D}_i - \sum m_i \sum \overline{D_i}}{n\sum m_i^2 - \left(\sum m_i\right)^2},$	$B = \frac{n\sum m_i \overline{D}_i - \sum m_i \sum \overline{D_i}}{n\sum m_i^2 - \left(\sum m_i\right)^2},$

(ИУС № 3 2022 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОГНЕУПОРЫ И ОГНЕУПОРНОЕ СЫРЬЕ

Методы определения оксида железа (III)

Refractories and refractory raw materials. Methods for determination of iron (III) oxide

Дата введения — 2017—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземоизвестковые, высокомагнезиальные, магнезиальноизвестковые, магнезиальношпинелидные, магнезиальносиликатные огнеупоры и устанавливает методы количественного определения оксида железа (III):

- фотометрические методы: с сульфосалициловой кислотой (при массовой доле от 0,05 % до 6 %), с *о*-фенантролином (при массовой доле от 0,01 % до 2,5 %) и с сульфосалициловой кислотой (при массовой доле металлического железа от 0,01 % до 0,6 %);
- комплексонометрический метод (при массовой доле от 0,3 % до 10 %);
- титриметрический титанометрический метод (при массовой доле от 2,5 % до 20 %);
- атомно-абсорбционный метод (при массовой доле от 0,01 % до 10 %).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.4.253—2013 (EN 166:2002) Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты глаз. Общие технические условия

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 199—78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2642.0—2014 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 2642.3—2014 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида кремния (IV)

ГОСТ 2642.4—2016 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида алюминия

ГОСТ 3117—78 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4139—75 Реактивы. Калий роданистый. Технические условия

ГОСТ 4199—76 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4221—76 Реактивы. Калий углекислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4478—78 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия
ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 7172—76 Реактивы. Калий пиросернокислый
ГОСТ 10484—78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия
ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N′,N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия
ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 13610—79 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия
ГОСТ 14183—78 Стекло органическое часовое. Технические условия
ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий
ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования[1)]
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 27067—86 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом, следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — в соответствии с ГОСТ 2642.0.

4 Требования безопасности

Требования безопасности — по ГОСТ 2642.0 с дополнением по 4.1.

4.1 При проведении испытания должны применяться индивидуальные средства защиты глаз по ГОСТ 12.4.253.

5 Фотометрический метод определения оксида железа (III) с сульфосалициловой кислотой (при массовой доле от 0,05 % до 6 %)

5.1 Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности трисульфосалицилатного комплекса железа, образующегося в аммиачной среде с сульфосалициловой кислотой, при использовании синего светофильтра (область светопропускания (400—450) нм).

Метод распространяется на огнеупорные глины, кремнеземистые, алюмосиликатные, высокомагнезиальные и магнезиальноизвестковые огнеупоры.

5.2 Аппаратура, реактивы, растворы и вспомогательные устройства

Весы по ГОСТ 24104, класс точности II.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный или спектрофотометр.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая поддержание температуры нагрева 1000 °С с пределами допустимого отклонения ± 50 °С.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданной температуры 110 °С с пределами допустимого отклонения ± 5 °С.

Электроплитка по технической документации.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Аммоний виннокислый средний, раствор с массовой долей 25 % по технической документации.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Железа оксид по технической документации, х. ч., или железо карбонильное по ГОСТ 13610 или технической документации.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172.

Калий углекислый по ГОСТ 4221.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199.

Безводный тетраборнокислый натрий: натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре (400 ± 20) °С.

Смесь для сплавления: углекислый натрий, безводный тетраборнокислый натрий и углекислый калий смешивают в соотношении 1:1:1 или углекислый натрий и безводный тетраборнокислый натрий — в соотношении 2:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 и 1:3.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей 30 %.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Стекло органическое часовое по ГОСТ 14183.

Фильтр беззольный «белая лента» по технической документации.

5.2.1 Приготовление стандартных растворов

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида железа (III) 0,0001 г/см^3 (раствор А): 0,1 г высушенного при 110 °С в течение 1 ч оксида железа помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, приливают 50 см^3 соляной кислоты (1:1) и, накрыв колбу часовым стеклом, нагревают до полного растворения. Затем раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Допускается готовить стандартный раствор с массовой концентрацией оксида железа (III) 0,0001 г/см^3 (раствор А) из карбонильного железа: 0,6994 г карбонильного железа помещают в коническую колбу, приливают 100 см^3 соляной кислоты (1:1) и, накрыв колбу часовым стеклом, нагревают до полного растворения. Затем добавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания, нагревают до удаления оксидов азота, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Перед использованием 10 см^3 раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида железа (III) 0,00002 г/см^3 (раствор Б): отбирают пипеткой 20 см^3 стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 1 см^3 серной кислоты (1:9), доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Аналитическую пробу массой (0,2—0,5) г смешивают в платиновом тигле с (3—5) г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при температуре 950 °С не менее 10 мин. В стакан наливают 60 см^3 нагретой до (60—70) °С соляной кислоты (1:3), помещают в него тигель со сплавом и нагревают до полного растворения сплава.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают (раствор 1).

При проведении анализа кремнеземистых, полукислых, шамотных огнеупоров и огнеупорных глин с массовой долей оксида кремния (IV) более 40 % исходный раствор 1 готовят по ГОСТ 2642.4, пункт 6.3.1.

Для определения оксида железа (III) допускается использовать аликвотную часть раствора 1 полученного по ГОСТ 2642.3 (раздел 5), раствора 3 — по ГОСТ 2642.3 (раздел 8), раствора Е — по ГОСТ 2642.3 (раздел 10).

5.3.2 В зависимости от массовой доли оксида железа (III) в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают аликвотную часть раствора в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида железа (III), %	Объем аликвотной части раствора, $см^3$
От 0,05 до 1,00 включ.	25
Св. 1,00 » 3,00 »	10
» 3,00 » 6,00 »	5

Аликвотную часть раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 2 $см^3$ раствора виннокислого аммония, 15 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты, водного аммиака до появления устойчивой желтой окраски и дополнительно приливают 3 $см^3$ водного аммиака в избыток. Раствор охлаждают, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. В случае выпадения осадка или появления мути раствор отфильтровывают на фильтр «белая лента».

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоколориметре с синим светофильтром (область светопропускания (400—450 нм) в кювете толщиной поглощающего слоя 30 или 50 мм. Допускается использовать кюветы другой толщины поглощающего слоя в зависимости от типа колориметра при выполнении условий ГОСТ 2642.0 (пункт 7.3). В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые реактивы.

Массу оксида железа (III) в граммах определяют по градуировочному графику.

5.3.3 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ каждая помещают аликвотные части стандартного раствора Б: 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0 $см^3$, что соответствует 0,00002; 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005; 0,0006 г оксида железа (III).

Далее анализ проводят по 5.3.2.

Градуировочный график строят по измеренным значениям оптической плотности и соответствующим им массам оксида железа (III).

5.4 При построении градуировочного графика, периодическом контроле стабильности градуировочной характеристики, а также при выполнении анализов выполняют проверку приемлемости аналитических сигналов фотоэлектроколориметра или спектрофотометра, полученных в условиях повторяемости.

Результат проверки признается приемлемым при выполнении условия:

$$\frac{|D_{i1} - D_{i2}|}{\overline{D}_i} 100 \le K_ф, \quad (1)$$

где D_{i1} и D_{i2} — значения оптической плотности, полученные для i-го градуировочного раствора при двух измерениях, Б;

D_i — среднее значение результатов двух измерений оптической плотности i-го градуировочного раствора, Б;

$K_ф$ — норматив (допускаемое расхождение результатов измерений оптической плотности раствора), при доверительной вероятности 0,95, %;

$$K_ф = 5\ \%.$$

5.4.1 Градуировочную характеристику представляют в виде линейного уравнения или графика.

5.4.1.1 Градуировочная характеристика в виде линейного уравнения

На основе полученных данных строят градуировочную характеристику по уравнению

$$\overline{D} = A + Bm, \quad (2)$$

где $\overline{D}$ — среднее значение результатов двух измерений оптической плотности градуировочного раствора, Б;

m — масса оксида железа (III), г;

A и B — коэффициенты, определяемые методом наименьших квадратов по следующим формулам:

$$A = \frac{\sum m_i^2 \sum \overline{D} - \sum m_i \sum m_i \overline{D}_i}{n \sum m_i^2 - (\sum m_i)^2}; \quad (3)$$

$$B = \frac{n\sum m_i \sum \overline{D}_i - \sum m_i \sum m_i \overline{D}_i}{n\sum m_i^2 - (\sum m_i)^2}, \quad (4)$$

где m_i — масса оксида железа (III) в i-м градуировочном растворе, г;

$\overline{D}_i$ — оптическая плотность i-го градуировочного раствора (среднеарифметическое значение по двум измерениям), Б;

i — номер градуировочного раствора;

n — количество градуировочных растворов.

5.4.1.2 Градуировочная характеристика в виде графика

На основании полученных данных строят градуировочный график в координатах: оптическая плотность D_i — масса оксида железа (III) m_i, указывают масштаб графика.

5.4.2 Проверка приемлемости градуировочной характеристики

Градуировочная характеристика считается удовлетворительной, если для каждого стандартного раствора отклонение среднего значения оптической плотности от градуировочной характеристики не превышает 5 %.

5.5 Обработка результатов

5.5.1 Массовую долю оксида железа (III) $w_{Fe_2O_3}$, %, вычисляют по формуле

$$w_{Fe_2O_3} = \frac{250m}{Vm_1} 100, \quad (5)$$

где 250 — исходный объем раствора, см^3;

m — масса оксида железа (III), определенная по градуировочному графику, г;

V — объем аликвотной части раствора, см^3;

m_1 — масса аналитической пробы, г.

5.5.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида железа (III) приведены в таблице 3 раздела 11.

6 Фотометрический метод определения оксида железа (III) с *о*-фенантролином (при массовой доле от 0,01 % до 2,5 %)

6.1 Сущность метода

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

Метод распространяется на огнеупорные глины и каолины, шамотные, шамотноуглеродистые, полукислые, алюмосиликатные, кремнеземистые, высокомагнезиальные и магнезиальноизвестковые огнеупоры.

Допускается при содержании массовой доли оксида железа (III) от 0,04 % до 0,4 % проводить испытания в соответствии с приложением А.

6.2 Аппаратура, реактивы, растворы и вспомогательные устройства

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор с массовой долей 20 %.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117, раствор с массовой долей 20 %.

о-фенантролин по технической документации, раствор с массовой долей 0,25 %.

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

Бумага индикаторная универсальная по технической документации.

Остальные реактивы, растворы, аппаратура и вспомогательные устройства — по 5.2.

6.2.1 Приготовление стандартных растворов

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида железа (III) 0,0001 г/см^3 (раствор А) готовят по 5.2.

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида железа (III) 0,00001 г/см^3 (раствор Б): пипеткой переносят 20 см^3 стандартного раствора А в мерную колбу вместимостью 200 см^3, прибавляют 2 см^3 серной кислоты (1:9), доводят до метки водой и перемешивают.

6.3 Проведение анализа

6.3.1 Растворы для проведения анализа готовят по 5.3.1. Допускается использовать аликвотную часть раствора, полученного после отделения оксида кремния (IV) по ГОСТ 2642.3 (разделы 5, 7, 8, 10).

6.3.2 В зависимости от массовой доли оксида железа (III) в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают аликвотную часть раствора в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2

Массовая доля оксида железа (III), %	Объем аликвотной части раствора, см^3
От 0,01 до 0,5 включ. Св. 0,5 » 1,5 » » 1,5 » 2,5 »	25 10 5

Приливают 2 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина, перемешивают, через 10 мин добавляют 5 см^3 раствора *о*-фенантролина, (10—15) см^3 раствора уксуснокислого натрия или уксуснокислого аммония; pH раствора (3,5—4,0) (по универсальной индикаторной бумаге). Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые реактивы. Массу оксида железа (III) в граммах определяют по градуировочному графику.

6.3.3 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отмеряют аликвотные части стандартного раствора Б: 0,5; 1,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0 см^3, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,00005; 0,0001; 0,00015; 0,0002; 0,00025; 0,0003 г оксида железа (III).

Далее проводят анализ по 6.3.2. Градуировочный график строят по определенным значениям оптической плотности и соответствующим им массам оксида железа (III).

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю оксида железа (III) $w_{Fe_2O_3}$, %, вычисляют по формуле

$$w_{Fe_2O_3} = \frac{mV}{m_1V_1}100, \qquad (6)$$

где m — масса оксида железа (III), определенная по градуировочному графику, г;

V — общий объем исходного раствора, см^3;

m_1 — масса аналитической пробы, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3.

Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида железа (III) приведены в таблице 3 раздела 11.

7 Фотометрический метод определения металлического железа (при массовой доле от 0,01 % до 0,6 %)

7.1 Сущность метода

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

Метод распространяется на муллитовые, муллитокорундовые и корундовые огнеупоры.

7.2 Аппаратура, реактивы, растворы и вспомогательные устройства

Шариковый воздушный холодильник по технической документации.

Фильтр «синяя лента» диаметром 11 см по технической документации.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, раствор с массовой долей 3 %.

Остальные реактивы, растворы, аппаратура и вспомогательные устройства — по 5.2.

7.2.1 Приготовление стандартных растворов

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида железа (III) 0,0001 г/см^3 (раствор А) готовят по 5.2.

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида железа (III) 0,00002 г/см^3 (раствор Б): 20 см^3 стандартного раствора А пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, прибавляют 1 см^3 серной кислоты (1:9), доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

7.3 Проведение анализа

7.3.1 Аналитическую пробу массой 5 г помещают в коническую колбу вместимостью 300 см^3, приливают 60 см^3 соляной кислоты (1:1), (1—2) см^3 раствора пероксида водорода и кипятят с шариковым воздушным холодильником в течение 7 мин.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают, отфильтровывают через фильтр «синяя лента» диаметром 11 см и удаляют первые две порции фильтрата.

7.3.2 В мерную колбу вместимостью 100 см^3 в зависимости от содержания массовой доли металлического железа отбирают аликвотную часть раствора: 25 см^3 — при массовой доле металлического железа менее 0,1 %, 10 см^3 — при массовой доле металлического железа менее 0,25 % и 5 см^3 — при массовой доле металлического железа более 0,25 %, прибавляют 2 см^3 раствора виннокислого аммония, 5 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты, водного аммиака до появления устойчивой желтой окраски и дополнительно приливают 5 см^3 водного аммиака в избыток. Раствор охлаждают, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоколориметре с синим светофильтром (область светопропускания (400—450) нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 30 или 50 мм. Допускается использовать кюветы другой толщины поглощающего слоя в зависимости от типа колориметра при выполнении условий ГОСТ 2642.0 (пункт 7.3). В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые реактивы.

Массу оксида железа (III) в граммах находят по градуировочному графику.

7.3.3 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают аликвотные части стандартного раствора Б: 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0 см^3, что соответствует 0,00002; 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005; 0,0006 г оксида железа (III). Добавляют соответственно 29,0; 27,5; 25,0; 20,0; 15,0; 10,0, 5,0 см^3 воды.

Далее анализ проводят по 7.3.2.

Градуировочный график строят по вычисленным среднеарифметическим значениям оптической плотности трех определений и соответствующим массам оксида железа (III).

7.4 Обработка результатов

7.4.1 Массовую долю металлического железа в пересчете на оксид железа (III) $w_{Fe_2O_3}$, %, вычисляют по формуле

$$w_{Fe_2O_3} = \frac{250m}{Vm_1}100, \qquad (7)$$

где 250 — исходный объем раствора, см^3;

m — масса оксида железа (III), найденная по градуировочному графику, г;

V — объем аликвотной части раствора, см^3;

m_1 — масса аналитической пробы, г.

7.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида железа (III) приведены в таблице 3 раздела 11.

8 Комплексонометрический метод определения оксида железа (III) (при массовой доле от 0,3 % до 10 %)

8.1 Сущность метода

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

Метод распространяется на кремнеземистые, алюмосиликатные, высокомагнезиальные, магнезиальноизвестковые огнеупоры.

8.2 Аппаратура, реактивы, растворы и вспомогательные устройства

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации 1 моль/дм^3.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации 0,025 моль/дм^3.

Индикаторная бумага Конго по технической документации.

Остальные реактивы, растворы, аппаратура и вспомогательные устройства — по 5.2.

8.2.1 Приготовление стандартного раствора

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида железа (III) 0,001 г/см^3 (раствор В): 1,0 г оксида железа (III), высушенного при температуре 110 °С в течение 1 ч, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, приливают 100 см^3 соляной кислоты (1:1) и, накрыв колбу часовым стеклом, нагревают до полного растворения. Затем раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Определение массовой концентрации раствора трилона Б по оксиду железа (III): в коническую колбу вместимостью 300 см^3 помещают 20 см^3 стандартного раствора оксида железа (III), приливают ориентировочно 100 см^3 дистиллированной воды и (2—3) см^3 соляной кислоты. Раствор нагревают до (60—70) °С, нейтрализуют водным аммиаком до изменения цвета бумаги Конго (появления легкой мути), приливают 10 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3, несколько капель раствора сульфосалициловой кислоты в качестве индикатора и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из красно-фиолетовой в соломенно-желтую.

Массовую концентрацию трилона Б по оксиду железа (III) $\rho_{ТРБ(Fe)}$, г/см^3, вычисляют по формуле

$$\rho_{ТРБ(Fe)} = \frac{20 \cdot 0{,}001}{V}, \quad (8)$$

где 20 — объем стандартного раствора железа, см^3;

0,001 — массовая концентрация стандартного раствора оксида железа (III), г/см^3;

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

Выполняют не менее трех титрований и вычисляют среднеарифметическое значение.

8.3 Проведение анализа

Растворы для проведения анализа готовят по 5.3.1 или по ГОСТ 2642.4 (пункты 6.3.1; 6.3.2; 6.3.4.3).

Полученные растворы нагревают до (60—70) °С и нейтрализуют водным аммиаком до изменения цвета бумаги Конго (выпадение легкой мути).

Затем прибавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3, несколько капель раствора сульфосалициловой кислоты и титруют раствором трилона Б до перехода окраски раствора из красно-фиолетовой в соломенно-желтую.

8.4 Обработка результатов

8.4.1 Массовую долю оксида железа (III) $w_{Fe_2O_3}$, %, вычисляют по формуле

$$w_{Fe_2O_3} = \frac{V_1 \rho_{ТРБ}}{m} 100, \quad (9)$$

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

$\rho_{ТРБ}$ — массовая концентрация раствора трилона Б, г/см^3;

m — масса аналитической пробы, г.

8.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида железа (III) приведены в таблице 3 раздела 11.

9 Титриметрический титанометрический метод определения оксида железа (III) (при массовой доле от 2,5 % до 20 %)

9.1 Сущность метода

Метод основан на восстановлении роданидного комплекса железа раствором сернокислой или солянокислой соли титана (III).

Метод рекомендован при анализе хромсодержащих огнеупоров, так как он не требует предварительного отделения хрома.

9.2 Аппаратура, реактивы, растворы и вспомогательные устройства

Установка для хранения раствора соли титана (III), рисунок 1.

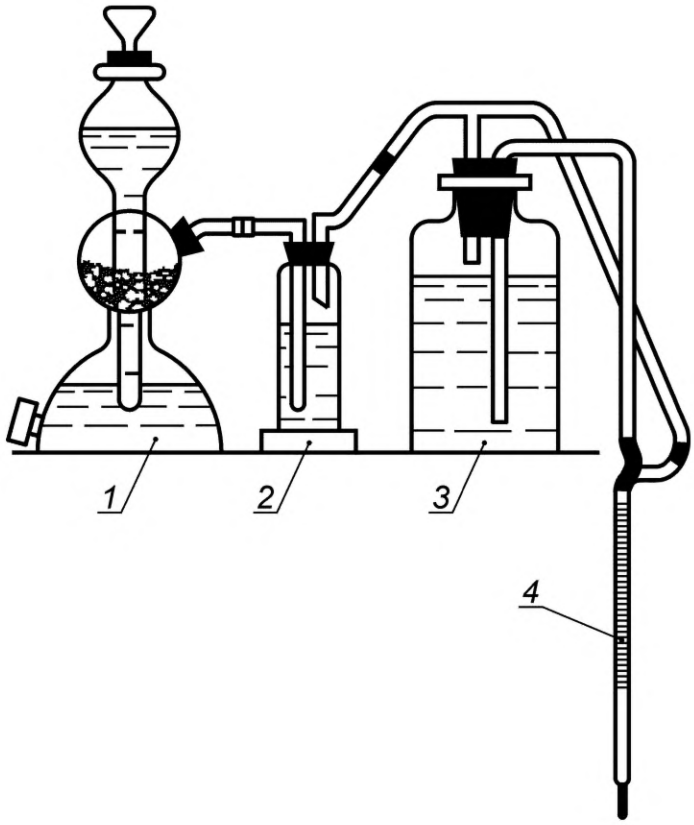
Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей 5 %.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Титан (III) сернокислый, раствор с массовой долей 15 % по технической документации, разбавленный 1:10. На каждый 1 дм^3 разбавленного раствора соли титана прибавляют 10 см^3 серной кислоты. Раствор хранят в установке (рисунок 1) в среде водорода или углекислого газа.

Остальные реактивы, растворы, аппаратура и вспомогательные устройства — по 5.2.



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

Рисунок 1

Стандартный раствор оксида железа (III) (раствор В), готовят по 8.2.

Определение массовой концентрации раствора сернокислого титана (III) по оксиду железа (III): в коническую колбу вместимостью 300 см^3 помещают 25 см^3 стандартного раствора оксида железа (III), прибавляют 10 см^3 соляной кислоты (1:1), (50—70) см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 раствора роданистого калия или роданистого аммония, (0,3—0,5) г углекислого натрия и титруют при постоянном перемешивании раствором сернокислого титана (III) до исчезновения красной окраски.

Массовую концентрацию раствора сернокислого титана (III), $\rho_{Ti_2(SO_4)_3}$ г/см^3, по оксиду железа (III), вычисляют по формуле

$$\rho_{Ti_2(SO_4)_3} = \frac{25 \cdot 0{,}001}{V}, \quad (10)$$

где 25 — объем стандартного раствора оксида железа (III) (раствора В), см^3;

0,001 — массовая концентрация стандартного раствора В по оксиду железа (III), г/см^3;

V — объем раствора сернокислого титана (III), израсходованный на титрование, см^3.

9.3 Проведение анализа

Для проведения анализа раствор готовят по 5.3.1 (кроме хромсодержащих материалов). После растворения сплавов полученные растворы переводят в коническую колбу вместимостью 300 см^3.

При анализе хромсодержащих материалов в платиновом тигле № 100-10 аналитическую пробу массой 0,5 г смешивают с (7—10) г пиросернокислого калия и сплавляют в муфельной печи при температуре (850—900) °С до полного разложения пробы. Сплав охлаждают и растворяют горячей дистиллированной водой с добавлением (15—20) см^3 соляной кислоты.

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

9.4 Обработка результатов

9.4.1 Массовую долю оксида железа (III) $w_{Fe_2O_3}$, %, вычисляют по формуле

$$w_{Fe_2O_3} = \frac{V\rho_{Ti_2(SO_4)_3}}{m} 100, \quad (11)$$

где V — объем раствора сернокислого титана (III), израсходованный на титрование, см^3;

$\rho_{Ti_2(SO_4)_3}$ — массовая концентрация раствора сернокислого титана (III), г/см^3 оксида железа (III);

m — масса аналитической пробы, г.

9.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида железа (III) приведены в таблице 3 раздела 11.

10 Атомно-абсорбционный метод определения оксида железа (III) (при массовой доле от 0,01 % до 10 %)

10.1 Сущность метода

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

Метод распространяется на высокомагнезиальные и магнезиальноизвестковые огнеупоры.

10.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для железа.

Фоновый раствор: ориентировочно 5 г смеси для сплавления растворяют в 60 см^3 соляной кислоты (1:3). Затем раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор оксида железа (III) и остальные реактивы — по 5.2.

10.3 Проведение анализа

10.3.1 Стандартные растворы для проведения анализа готовят по 5.2.1.

10.3.2 Определение массовой доли оксида железа (III): аликвотную часть раствора от 5 до 50 см^3 [в зависимости от массовой доли оксида железа (III)] помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию железа в пламени воздух-ацетилен при длине волны 248,3 нм.

Массу оксида железа (III) в граммах находят по градуировочному графику.

10.3.3 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отмеряют аликвотные части стандартного раствора Б: 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 см^3, что соответствует 0,00002; 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г оксида железа (III), приливают по 25 см^3 фонового раствора, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию градуировочных растворов железа в пламени воздух-ацетилен при длине волны 248,3 нм.

Градуировочный график строят по определенным значениям атомной абсорбции, за вычетом атомной абсорбции контрольного опыта, и соответствующим им массам оксида железа (III) в граммах. Градуировочный график строят для каждой партии проб.

10.4 Обработка результатов

10.4.1 Массовую долю оксида железа (III) $w_{Fe_2O_3}$, %, вычисляют по формуле

$$w_{Fe_2O_3} = \frac{m_1}{m} 100, \quad (12)$$

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

m — масса аналитической пробы, содержащаяся в 100 см^3 конечного раствора, г.

10.4.2 Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида железа (III) приведены в таблице 3 раздела 11.

11 Обработка результатов определений

11.1 Проверка приемлемости

Проверяют приемлемость результатов определений массовой доли оксида железа (III). Результат проверки считают удовлетворительным, если выполняется условие

$$\left| w_{Fe_2O_3\,1} - w_{Fe_2O_3\,2} \right| \le r, \qquad (13)$$

где $w_{Fe_2O_3\,1}$, $w_{Fe_2O_3\,2}$ — значения массовой доли оксида железа (III), полученные в условиях повторяемости опыта, %;

r — предел повторяемости, см. таблицу 3.

За результат определений массовой доли оксида железа (III) принимают среднеарифметическое значение $\overline{w}_{Fe_2O_3}$, полученное по двум последовательным определениям, удовлетворяющим требованию приемлемости.

Если условие (13) не выполнено, проводят два дополнительных определения и проверяют приемлемость вновь полученных результатов.

Если результаты дополнительных определений не удовлетворяют требованиям приемлемости, то за результат определений принимают среднеарифметическое значение четырех полученных значений при условии, что ряд последовательно полученных значений не возрастает или не убывает монотонно.

Примечание — Допускается проводить проверку приемлемости результатов в соответствии с документами, действующими на территории государства, применяющего стандарт[1)].

11.2 В документе о качестве результат определения массовой доли оксида железа (III) приводят в сокращенном формате без указания расширенной неопределенности.

По требованию заказчика результат определения массовой доли оксида железа (III) может быть приведен в полном формате

$$[w_{Fe_2O_3} \pm U(w_{Fe_2O_3})], \qquad (14)$$

где $U(w_{Fe_2O_3})$ — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$.

Результат округляют до того же десятичного знака, которым заканчивается округленное значение расширенной неопределенности $U(w_{Fe_2O_3})$.

Примеры:

1 $w_{Fe_2O_3} = (0{,}103 \pm 0{,}021)$ ***%.***

2 $w_{Fe_2O_3} = (10{,}1 \pm 1{,}3)$ ***%.***

3 $w_{Fe_2O_3} = (80 \pm 9)$ ***%.***

11.3 Контроль внутрилабораторной прецизионности

Рассчитывают расхождение результатов определений массовой доли оксида железа (III), полученное в условиях прецизионности (варьируемые факторы: время и оператор). При этом расхождение между двумя средними результатами определений не должно превышать норматив контроля $R_л$

$$|\overline{w}_{Fe_2O_3\,1} - w_{Fe_2O_3\,2}| \le R_п, \qquad (15)$$

где $\overline{w}_{Fe_2O_3\,1}$, $\overline{w}_{Fe_2O_3\,2}$ — первое и второе значения массовой доли оксида железа (III),%.

При превышении норматива измерения повторяют. При повторном превышении выясняют и устраняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам

11.4 Оперативный контроль точности

Контроль выполнения процедуры определений (контроль точности результатов измерений) проводят не реже одного раза в смену или одновременно с каждой партией рабочих проб. Для контроля точности результатов измерений применяют государственные стандартные образцы, стандартные образцы предприятия или смеси, аттестованные в установленном порядке. Если отклонение результата определения массовой доли оксида железа (III) в образце для контроля $\overline{w}_{Fe_2O_3}$ от аттестованного (расчетного) значения $A_{со}$ не превышает норматива контроля $K_т$ (таблица 3)

$$|w_{Fe_2O_3} - A_{со}| \le K_т, \qquad (16)$$

результаты контрольной процедуры признают удовлетворительными. При невыполнении условия (16) определение повторяют. При повторном невыполнении условия (16) определения прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам.

---

1) На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Таблица 3

В процентах

Массовая доля оксида железа (III)	Нормы точности и нормативы контроля точности			
	$U(w)$	$R_л$	r	$K_Т$
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	0,04	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

12 Протокол испытания

Результаты испытания записывают в протоколе, в котором указывают:
- обозначение настоящего стандарта;
- наименование организации, проводившей испытание;
- обозначение испытуемого огнеупора или огнеупорного сырья, марку, номер партии;
- наименование предприятия-изготовителя;
- дату проведения испытания;
- метод определения оксида железа (III);
- значение результата определения оксида железа (III);
- должность, фамилию, имя, отчество исполнителя;
- подпись исполнителя.

Примечание — Допускается проводить оформление результатов измерений в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025 либо с правилами, действующими на конкретном предприятии.

Приложение А
(обязательное)

Фотометрический метод определения оксида железа (III) с *о*-фенантролином (при массовой доле от 0,04 % до 0,4 %)

А.1 Сущность метода

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

А.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Весы по ГОСТ 24104, класс точности II.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный или спектрофотометр.

Печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая поддержание температуры нагрева 1000 °С с пределами допустимого отклонения ± 50 °С.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданной температуры 110 °С с пределами допустимого отклонения ± 5 °С.

Электроплитка по технической документации.

Тигли платиновые № 100-7 и № 100-8 по ГОСТ 6563.

Крышки платиновые № 100-7 и № 100-8 по ГОСТ 6563.

Посуда мерная стеклянная по ГОСТ 1770.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Железо карбонильное по ГОСТ 13610 или технической документации.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61 и разбавленная 1:1.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199.

Безводный тетраборнокислый натрий: натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре (400 ± 20) °С.

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

о-фенантролин по технической документации, раствор с массовой долей 1 %: 1 г *о*-фенантролина растворяют в 100 $см^3$ уксусной кислоты (1:1).

Стекло органическое часовое по ГОСТ 14183.

Бумага индикаторная универсальная по технической документации.

А.3 Приготовление растворов

Буферный раствор с pH 6: 140 $см^3$ уксусной кислоты разбавляют в 1700 $см^3$ дистиллированной воды и при постоянном перемешивании приливают 140 $см^3$ водного аммиака. Затем раствор охлаждают, добавляют водный аммиак или уксусную кислоту, pH раствора 6 (по универсальной индикаторной бумаге).

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида железа (III) 0,001 г/$см^3$ (раствор А): 0,6994 г карбонильного железа помещают в коническую колбу, приливают 100 $см^3$ соляной кислоты (1:1) и, накрыв колбу часовым стеклом, нагревают до полного растворения. Затем добавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания, нагревают до удаления оксидов азота, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида железа (III) 0,0001 г/$см^3$ (раствор Б): 10 $см^3$ стандартного раствора А переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор готовят перед использованием.

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида железа (III) 0,00001 г/$см^3$ (раствор В): 10 $см^3$ стандартного раствора Б переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор готовят перед использованием.

А.4 Проведение анализа

Аналитическую пробу массой 0,5 г смешивают в платиновом тигле с 5,0 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при температуре 950 °С в течение (10—15) мин. В стакан наливают 60 $см^3$ нагретой до (60—70) °С соляной кислоты (1:1), в него помещают остывший тигель со сплавом и нагревают до полного растворения сплава.

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора объемом 25 см^3 наливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 2 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина и перемешивают, через 10 мин приливают 5 см^3 раствора *о*-фенантролина, pH раствора (3,5—4) (по универсальной индикаторной бумаге). Через 15 мин раствор доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре или фотоколориметре с зеленым светофильтром (область светопропускания (480—580) нм) и в кювете толщиной поглощающего слоя 30 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, содержащий все применяемые реактивы. Массу оксида железа (III) в граммах определяют по градуировочному графику.

А.5 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отмеряют аликвотные части стандартного раствора В: 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 и 25,0 см^3, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00005; 0,00010; 0,00020 и 0,00025 г оксида железа (III) и далее проводят измерения по А.4. Градуировочный график строят по вычисленным значениям оптической плотности и соответствующим им массам оксида железа (III).

А.6 Обработка результатов

Массовую долю оксида железа (III) $w_{Fe_2O_3}$, %, вычисляют по формуле

$$w_{Fe_2O_3} = \frac{mV}{m_1V_1}100, \qquad (А.1)$$

где m — масса оксида железа (III), найденная по градуировочному графику, г;

V — общий объем исходного раствора, см^3;

m_1 — масса аналитической пробы, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3.

Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли оксида железа (III) приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

В процентах

Массовая доля оксида железа (III)	Нормы точности и нормативы контроля точности			
	$U(w)$	$R_л$	r	$K_т$
От 0,04 до 0,05 включ.	0,011	0,014	0,012	0,007
Св. 0,05 до 0,10 включ.	0,016	0,020	0,017	0,010
Св. 0,1 до 0,2 включ.	0,02	0,03	0,02	0,01
Св. 0,2 до 0,4 включ.	0,03	0,04	0,03	0,02

УДК 666.76:543.06:006.354 МКС 81.080

Ключевые слова: огнеупоры, огнеупорное сырье, оксид железа (III), комплексонометрический метод, титриметрический метод, фотометрический метод, атомно-абсорбционный метод

Редактор *А.А. Лиске*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 01.07.2016. Подписано в печать 02.08.2016. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,12. Тираж 30 экз. Зак. 1830.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 2642.5—2016 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида железа (III)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Подпункт 5.4.1.1, формула (4)	$B = \frac{n\sum m_i \sum \overline{D}_i - \sum m_i \sum m_i \overline{D}_i}{n\sum m_i^2 - \left(\sum m_i\right)^2},$	$B = \frac{n\sum m_i \sum \overline{D}_i - \sum m_i \sum \overline{D}_i}{n\sum m_i^2 - \left(\sum m_i\right)^2},$

(ИУС № 6 2021 г.)

МКС 81.080

Поправка к ГОСТ 2642.5—2016 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида железа (III) (см. Поправку, опубликованную в ИУС № 6—2021)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Графа «Должно быть». Формула (4)	$B = \frac{n\sum m_i \sum \overline{D}_i - \sum m_i \sum \overline{D_i}}{n\sum m_i^2 - \left(\sum m_i\right)^2},$	$B = \frac{n\sum m_i \overline{D}_i - \sum m_i \sum \overline{D_i}}{n\sum m_i^2 - \left(\sum m_i\right)^2},$

(ИУС № 3 2022 г.)

gost.e-ecolog.ru