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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 24523.3— 2022

ПЕРИКЛАЗ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы определения оксида железа (III)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, 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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 22 ноября 2022 г. № 156-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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» 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 15 декабря 2022 г. № 1518-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 24523.3—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 августа 2023 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 24523.3—80

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2022

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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПЕРИКЛАЗ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы определения оксида железа (III)

Electrotechnical periclase.
Methods for determination of iron (III) oxide

Дата введения — 2023—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на электротехнический периклаз и устанавливает методы количественного определения оксида железа (III) при массовой доле от 0,04 % до 0,4 %:

- фотометрический с сульфасалициловой кислотой;
- фотометрический с 1,10-фенантролином;
- атомно-абсорбционный.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

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

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

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

ГОСТ 5456 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 6709[1)] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 13610 Железо карбонильное радиотехническое. Технические условия

ГОСТ 24104[2)] Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24523.0 Периклаз электротехнический. Общие требования к методам химического анализа

ГОСТ 24523.1—2021 Периклаз электротехнический. Метод определения оксида кремния (IV)

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

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

Издание официальное

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru ю указателям национальных стандартов, издаваемых в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на ссылочный документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ 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 — по ГОСТ 24523.0.

4 Требования безопасности

Требования безопасности — по ГОСТ 24523.0.

5 Фотометрический метод определения оксида железа (III) (с сульфосалициловой кислотой)

5.1 Сущность метода

Метод основан на образовании желтого комплексного соединения железа (III) с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде при pH 8—11,5 и фотометрировании окрашенного раствора при длине волны 430 нм.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический лабораторный.
Электроплитка с закрытой спиралью по технической документации.
Весы по ГОСТ 24104 или по ГОСТ OIML R 76-1, класс точности II.
Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.
Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1.
Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей 20 %.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.
Кислота азотная по ГОСТ 4461.
Аммоний виннокислый по технической документации, раствор с массовой долей 25 %.
Железо карбонильное по ГОСТ 13610.
Фильтр «красная лента» по технической документации.

5.2.1 Приготовление стандартных растворов

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида железа (III) 0,001 г/см^3 (раствор А): 0,6994 г карбонильного железа растворяют в 100 см^3 соляной кислоты (1:1) при умеренном нагревании, добавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания и нагревают до удаления оксида азота. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

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

5.2.2 Построение градуировочного графика

В восемь мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая отбирают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030; 0,00040 и 0,00050 г оксида железа (III). В каждую колбу приливают 10 см^3 сульфосалициловой кислоты, 20 см^3

дистиллированной воды и 10 см^3 раствора аммиака, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют на спектрофотометре при длине волны 430 нм или фотоэлектрическом лабораторном колориметре, применяя синий светофильтр со светопропусканием от 400 до 500 нм. Применяют кювету толщиной колориметрируемого слоя 30 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

5.2.3 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.

5.2.4 Проверка приемлемости градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику считают приемлемой, если для каждого стандартного раствора отклонение среднего значения оптической плотности от градуировочной характеристики не превышает 5 %.

5.3 Проверка приемлемости аналитических сигналов фотоэлектрического лабораторного колориметра (спектрофотометра)

При построении градуировочного графика, периодическом контроле стабильности градуировочной характеристики, а также при проведении анализов выполняют проверку приемлемости аналитических сигналов фотоэлектрического лабораторного колориметра и спектрофотометра, полученных в условиях повторяемости.

Результат проверки признают приемлемым при выполнении условия

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

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

$\bar{D}_i$ — среднее значение результатов двух измерений оптической плотности i-го градуировочного раствора, Б;

$K_ф$ — норматив (допускаемое расхождение результатов измерений оптической плотности раствора), при вероятности P = 0,95, %; $K_ф$ = 5 %.

5.4 Проведение анализа

5.4.1 Аналитическую пробу массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в 15 см^3 соляной кислоты (1:1) при нагревании, не доводя до кипения. После растворения аналитической пробы в стакан добавляют 1—2 капли азотной кислоты и продолжают нагревание в течение 2—3 мин. Затем к раствору приливают 10 см^3 теплой дистиллированной воды и нагревают в течение 10—15 мин, не доводя до кипения. Полученный раствор охлаждают и фильтруют через фильтр «красная лента» в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Фильтр промывают три раза дистиллированной водой. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

От полученного раствора отбирают аликвотную часть в соответствии с данными, приведенными в таблице 1.

Таблица 1 — Объем аликвотной части раствора

Предполагаемая массовая доля оксида железа (III), %	Объем аликвотной части раствора, см^3
От 0,04 до 0,10 включ.	50
Св. 0,10 до 0,20 включ.	20
Св. 0,20 до 0,40 включ.	10

Допускается при предполагаемой массовой доле оксида железа (III) свыше 0,05 % проводить подготовку анализируемого раствора по ГОСТ 24523.1—2021 (раздел 5). В этом случае от раствора отбирают аликвотную часть объемом 50 см^3.

5.4.2 Аликвотную часть анализируемого раствора по 5.4.1 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 2 см^3 раствора виннокислого аммония, 10 см^3 сульфосалициловой кислоты, 10 см^3 раствора аммиака, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 430 нм или на фотоэлектрическом лабораторном колориметре, применяя синий светофильтр со светопропусканием от 400 до 500 нм. Применяют кювету толщиной колориметрируемого слоя 30 мм.

В качестве раствора сравнения служит раствор контрольного опыта.

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

5.4.3 Допускается по соглашению сторон определять массовую долю оксида железа (III) методом сравнения со стандартным образцом, близким по составу к анализируемой пробе и проведенным через все стадии анализа. При возникновении разногласий арбитражным является метод по 5.4.2.

5.5 Обработка результатов

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

$$w_{Fe_2O_3} = \frac{m_1 V}{m V_1} 100, \quad (2)$$

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

V — общий объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса аналитической пробы, г;

V_1 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3.

5.5.2 Контроль точности результатов определений осуществляют в соответствии с разделом 8.

6 Фотометрический метод определения оксида железа (III) (с 1,10-фенантролином)

6.1 Сущность метода

Метод основан на образовании оранжево-красного комплексного соединения железа с 1,10-фенантролином при pH 2—9 и фотометрировании окрашенного раствора при длине волны 510 нм.

6.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический лабораторный.

Весы по ГОСТ 24104 или по ГОСТ OIML R 76-1, класс точности II.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 10 %.

1,10-фенантролин по технической документации.

Кислота уксусная по ГОСТ 61 и разбавленная 1:1.

1,10-фенантролин, раствор с массовой долей 1 %: 1 г 1,10-фенантролина растворяют в 100 см^3 уксусной кислоты, разбавленной 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

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

Бумага индикаторная универсальная.

6.2.1 Приготовление стандартных растворов

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида железа (III) 0,00001 г/см^3 (раствор В): 10 см^3 раствора Б, приготовленного по разделу 5, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

6.2.2 Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая отбирают микробюреткой 1; 2; 5; 10; 20 и 25 см^3 раствора В, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00005; 0,00010; 0,00020 и 0,00025 г оксида

железа (III). В каждую колбу приливают 2 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина и оставляют на 10 мин. Затем приливают 5 см^3 раствора 1,10-фенантролина и вводят буферный раствор до установления величины pH 3,5 по универсальной индикаторной бумаге. Оставляют раствор на 15 мин, после чего доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 510 нм или на фотоэлектрическом лабораторном колориметре, применяя зеленый светофильтр со светопропусканием от 480 до 580 нм. Применяют кювету толщиной колориметрируемого слоя 30 мм.

В качестве раствора сравнения служит раствор контрольного опыта.

6.2.3 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.

6.2.4 Проверка приемлемости градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику считают приемлемой, если для каждого стандартного раствора отклонение среднего значения оптической плотности от градуировочной характеристики не превышает 5 %.

6.3 Проверка приемлемости аналитических сигналов фотоэлектрического лабораторного колориметра (спектрофотометра)

При построении градуировочного графика, периодическом контроле стабильности градуировочной характеристики, а также при проведении анализов выполняют проверку приемлемости аналитических сигналов фотоэлектрического лабораторного колориметра и спектрофотометра, полученных в условиях повторяемости.

Результат проверки признают приемлемым при выполнении условия

$$\frac{|D_{i1} - D_{i2}|}{\overline{D}_i} 100 \le K_ф, \qquad (3)$$

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

$\overline{D}_i$ — среднее значение результатов двух измерений оптической плотности i-го градуировочного раствора, Б;

$K_ф$ — норматив (допускаемое расхождение результатов измерений оптической плотности раствора), при вероятности P = 0,95, %; $K_ф$ = 5 %.

6.4 Проведение анализа

6.4.1 Подготовку анализируемого раствора проводят по ГОСТ 24523.1—2021 (раздел 5).

6.4.2 Аликвотную часть анализируемого раствора объемом 25 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 2 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина, перемешивают и оставляют на 10 мин. Затем приливают 5 см^3 раствора 1,10-фенантролина и вводят буферный раствор до установления величины pH 3,5 по универсальной индикаторной бумаге. Оставляют раствор на 15 мин, после чего доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 510 нм или на фотоэлектрическом лабораторном колориметре, применяя зеленый светофильтр со светопропусканием от 480 до 580 нм. Применяют кювету толщиной колориметрируемого слоя 30 мм.

В качестве раствора сравнения служит раствор контрольного опыта.

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

6.5 Обработка результатов

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

$$w_{Fe_2O_3} = \frac{m_1 V}{m V_1} 100, \qquad (4)$$

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

V — общий объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса аналитической пробы, г;

V_1 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3.

6.5.2 Контроль точности результатов определений осуществляют в соответствии с разделом 8.

7 Атомно-абсорбционный метод определения оксида железа (III)

7.1 Сущность метода

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

7.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для определения железа.

Электроплитка с закрытой спиралью по технической документации.

Весы по ГОСТ 24104 или по ГОСТ OIML R 76-1, класс точности II.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 25336.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий углекислый по ГОСТ 83.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199.

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:3.

Фоновый раствор: углекислый натрий и безводный тетраборнокислый натрий смешивают в соотношении 2:1 и растворяют при нагревании в 240 см^3 соляной кислоты. Полученный раствор охлаждают, доводят объем раствора до 1 дм^3 дистиллированной водой и перемешивают.

7.2.1 Построение градуировочного графика

В 11 мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая отбирают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 и 9,0 см^3 раствора Б по 5.2.1, что соответствует 0; 0,00005; 0,00010; 0,00020; 0,00030; 0,00040; 0,00050; 0,00060; 0,00070; 0,00080 и 0,00090 г оксида железа (III). Объем раствора в каждой колбе доводят до метки фоновым раствором и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию анализируемого раствора в верхней части пламени ацетилен—воздух при длине волны 248,3 нм.

Массу оксида железа (III) определяют по измеренным значениям атомной абсорбции за вычетом атомной абсорбции контрольного опыта, проведенного параллельно с пробами. Строят градуировочный график по средним значениям двух измерений атомной абсорбции и соответствующим им массам оксида железа (III).

7.3 Проведение анализа

Подготовку анализируемого раствора проводят по ГОСТ 24523.1—2021 (раздел 5) и отбирают аликвотную часть объемом 100 см^3.

Измеряют атомную абсорбцию анализируемого раствора в верхней части пламени ацетилен—воздух при длине волны 248,3 нм.

Массу оксида железа (III) определяют по измеренным значениям атомной абсорбции за вычетом атомной абсорбции контрольного опыта, проведенного параллельно с пробами.

Определение проводят по градуировочному графику.

При смене растворов систему распыления промывают водой.

7.4 Обработка результатов

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

$$w_{Fe_2O_3} = \frac{m_1 \cdot 2{,}5}{m} 100, \qquad (5)$$

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

2,5 — коэффициент, учитывающий разбавление анализируемого раствора до объема 250 см^3;

m — масса аналитической пробы, г.

7.4.2 Контроль точности результатов определений осуществляют в соответствии с разделом 8.

8 Обработка результатов определений

8.1 Проверка приемлемости

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

$$|w_{Fe_2O_{3_1}} - w_{Fe_2O_{3_2}}| \le r, \quad (6)$$

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 2).

Таблица 2 — Нормы точности и нормативы контроля точности

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

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

Если условие (6) 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 среднее арифметическое из 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[3)].

8.2 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

$$[w_{Fe_2O_3} \pm U(w_{Fe_2O_3})], \quad (7)$$

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

$w_{Fe_2O_3}$ ***= (0,23 ± 0,03) %;***

$w_{Fe_2O_3}$ ***= (0,060 ± 0,016) %.***

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

8.3 Контроль внутрилабораторной прецизионности

Рассчитывают расхождение результатов определений массовой доли оксида железа (III), полученное в условиях прецизионности. При этом должно быть выполнено следующее условие: расхождение между двумя средними результатами определений не должно превышать норматив контроля $R_л$ (см. таблицу 2)

$$|\bar{w}_{Fe_2O_{3_1}} - \bar{w}_{Fe_2O_{3_2}}| \le R_л, \quad (8)$$

где $\bar{w}_{Fe_2O_{3_1}}$, $\bar{w}_{Fe_2O_{3_2}}$ — 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.

8.4 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 $\bar{w}_{Fe_2O_3}$ от аттестованного (расчетного) значения A_{co} не превышает норматива контроля K_T (см. таблицу 2)

$$|\bar{w}_{Fe_2O_3} - A_{co}| \le K_T, \quad (9)$$

то результаты контрольной процедуры признают удовлетворительными.

При невыполнении условия (9) определение повторяют. При повторном невыполнении условия (9) определения прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам.

9 Протокол испытания

Результаты определений записывают в протокол, в котором указывают:

- обозначение настоящего стандарта;
- наименование организации, проводившей испытание;
- обозначение испытуемого электротехнического периклаза, марку, номер партии;
- дату проведения испытания;
- метод определения оксида железа (III);
- результат определения оксида железа (III);
- должность, ФИО исполнителя;
- подпись исполнителя.

Примечание — Допускается проводить оформление результатов измерений в соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17025 либо с правилами, действующими в конкретной организации.

УДК 621.315.612.8:546.723-31.06:006.354 МКС 81.080

Ключевые слова: периклаз электротехнический, оксид железа (III), фотометрический метод, атомно-абсорбционный метод

Редактор *Л.С, Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 16.12.2022. Подписано в печать 20.12.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru