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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 24523.2— 2022

ПЕРИКЛАЗ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ

Метод определения оксида алюминия

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. № 1517-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 24523.2—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 августа 2023 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 24523.2—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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 2
4 Требования безопасности 2
5 Фотометрический метод определения оксида алюминия (при массовой доле от 0,1 % до 2,5 %) 2
6 Обработка результатов определений 4
7 Протокол испытания 6

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

Метод определения оксида алюминия

Electrotechnical periclase.
Method for determination of aluminium oxide

Дата введения — 2023—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на электротехнический периклаз и устанавливает фотометрический метод количественного определения оксида алюминия при массовой доле от 0,1 % до 2,5 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 199 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. 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 4526 Реактивы. Магний оксид. Технические условия

ГОСТ 5456 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 6709[1)] Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 13726 Ленты из алюминия и алюминиевых сплавов. 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

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 по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стан-

[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

дартизации. Если на 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 это 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 алюминия (при массовой доле от 0,1 % до 2,5 %)

5.1 Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения алюминия с антразохромом в уксуснокислой среде при pH 4,8—4,9 и фотометрировании окрашенного раствора при длине волны 590 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.
Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор с массовой долей 1 %.
Аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:2.
Антразохром по технической документации, раствор с массовой долей 0,15 %.
Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор с массовой долей 5 %.
Натрий углекислый по ГОСТ 83.
Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации 1 моль/дм^3.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:3 и 1:1.
Алюминий по ГОСТ 13726.
Магния оксид по ГОСТ 4526.

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

Индикатор: α-динитрофенол по технической документации, спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %, или β-динитрофенол по технической документации, водный раствор с массовой долей 0,1 %.

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

Фоновый раствор: 0,5 г оксида магния, предварительно прокаленного при температуре 1000 °С в течение 1 ч, и 5 г смеси для сплавления растворяют в 60 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:3, кипятят в течение 3—5 мин, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

5.2.1 Приготовление стандартных растворов

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида алюминия 0,002 г/см^3 (раствор А): 0,5294 г алюминия растворяют при нагревании в 40 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида алюминия 0,00004 г/см^3 (раствор Б): 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

Стандартный раствор с массовой концентрацией оксида алюминия 0,00001 г/см^3 (раствор В): 5 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

5.2.2 Построение градуировочного графика для определения оксида алюминия при массовой доле от 0,1 % до 0,4 % включ.

В шесть мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая отбирают микробюреткой 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора В, что соответствует 0,000005; 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004 и 0,00005 г оксида алюминия. В каждую колбу приливают 2 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина, 5 см^3 фонового раствора, добавляют 2—3 капли индикатора и осторожно, по каплям, нейтрализуют раствором аммиака до появления желтого окрашивания. Затем добавляют по каплям раствор соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3 до исчезновения желтой окраски. К полученному раствору приливают 2,5 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3, 10 см^3 раствора антразохрома, 20 см^3 раствора уксуснокислого натрия, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют через 10 мин на спектрофотометре при длине волны 590 нм или на фотоэлектрическом лабораторном колориметре с желтым светофильтром (область светопропускания — 590 нм) в кювете толщиной колориметрируемого слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, содержащий 5 см^3 фонового раствора, и все применяемые по ходу анализа реактивы.

5.2.3 Построение градуировочного графика для определения оксида алюминия при массовой доле свыше 0,4 %

В восемь мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая отбирают микробюреткой 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 раствора Б, что соответствует 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008; 0,00010; 0,00012; 0,00016 и 0,00020 г оксида алюминия. В каждую колбу приливают 2 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина, 5 см^3 фонового раствора, добавляют 2—3 капли индикатора и осторожно, по каплям, нейтрализуют раствором аммиака до появления желтого окрашивания. Затем добавляют по каплям раствор соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3 до исчезновения желтой окраски. К полученному раствору приливают 2,5 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3, 10 см^3 раствора антразохрома, 20 см^3 раствора уксуснокислого натрия, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют через 10 мин на спектрофотометре при длине волны 590 нм или на фотоэлектрическом лабораторном колориметре с желтым светофильтром (область светопропускания — 590 нм) в кювете толщиной колориметрируемого слоя 10 мм.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта, содержащий 5 см^3 фонового раствора, и все применяемые по ходу анализа реактивы.

5.2.4 Градуировочная характеристика в виде графика

На основании полученных данных строят градуировочный график в координатах: оптическая плотность D_i — масса оксида алюминия m_i. Указывают масштаб графика.

5.2.5 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;

$\overline{D}_i$ — 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 %.

5.4 Проведение анализа

5.4.1 Подготовку анализируемого раствора проводят по ГОСТ 24523.1—2021 (раздел 5). В зависимости от предполагаемой массовой доли оксида алюминия используют аналитическую пробу массой 0,5 г (при массовой доле оксида алюминия от 0,1 % до 2,0 % включ.) или 0,25 г (при массовой доле оксида алюминия свыше 2,0 %).

5.4.2 Аликвотную часть анализируемого раствора объемом 5 см^3 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 2 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина, ополаскивают внутреннюю поверхность горла колбы небольшим количеством дистиллированной воды. Полученный раствор нагревают в течение 3—5 мин, не доводя до кипения, охлаждают, добавляют 2—3 капли индикатора и осторожно, по каплям, нейтрализуют раствором аммиака до появления желтого окрашивания. Затем добавляют по каплям раствор соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3 до исчезновения желтой окраски.

К полученному раствору приливают 2,5 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3, 10 см^3 раствора антразохрома, 20 см^3 раствора уксуснокислого натрия, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют через 10 мин на спектрофотометре при длине волны 590 нм или на фотоэлектрическом лабораторном колориметре, применяя желтый светофильтр со светопропусканием 590 нм. В зависимости от интенсивности окраски анализируемого раствора применяют кювету толщиной колориметрируемого слоя 10 или 50 мм.

Для приготовления раствора сравнения в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 5 см^3 фонового раствора, приливают 2 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина и далее все применяемые по ходу анализа реактивы, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Массу оксида алюминия, выраженную в граммах, находят по градуировочному графику.

5.4.3 Допускается по соглашению сторон определять массовую долю оксида алюминия 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 алюминия $w_{Al_2O_3}$, %, вычисляют по формуле

$$w_{Al_2O_3} = \frac{m_1 V}{m V_1} 100, \quad (2)$$

где m_1 — масса оксида алюминия, 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 6.

6 Обработка результатов определений

6.1 Проверка приемлемости

Проверяют приемлемость результатов определений массовой доли оксида алюминия. Результат проверки считают удовлетворительным, если выполнено условие

$$|w_{Al_2O_{3_1}} - w_{Al_2O_{3_2}}| \le r, \quad (3)$$

где $w_{Al_2O_{3_1}}$, $w_{Al_2O_{3_2}}$ — значения массовой доли оксида алюминия, полученные в условиях повторяемости опыта, %;

r — предел повторяемости по таблице 1.

Таблица 1 — Нормы точности и нормативы контроля точности

В процентах

Массовая доля оксида алюминия	Нормы точности и нормативы контроля точности			
	$U(w)$	$R_л$	r	$K_Т$
От 0,1 до 0,2 включ.	0,04	0,05	0,04	0,03
Св. 0,2 до 0,5 включ.	0,07	0,08	0,07	0,04
Св. 0,5 до 1,0 включ.	0,09	0,12	0,10	0,06
Св. 1,0 до 2,5 включ.	0,13	0,16	0,14	0,08

За результат определений массовой доли оксида алюминия принимают среднее арифметическое значение $\bar{w}_{Al_2O_3}$, полученное по двум последовательным определениям, удовлетворяющим требованию приемлемости.

Если условие (3) 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)].

6.2 В документе о качестве результат определения массовой доли оксида алюминия приводят в сокращенном формате без указания расширенной неопределенности.

По требованию заказчика результат определения массовой доли оксида алюминия может быть приведен в полном формате

$$[w_{Al_2O_3} \pm U(w_{Al_2O_3})], \quad (4)$$

где $U(w_{Al_2O_3})$ — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$.

Результат округляют до того же десятичного знака, которым заканчивается округленное значение расширенной неопределенности $U(w_{Al_2O_3})$.

Примеры

$w_{Al_2O_3} = (0{,}23 \pm 0{,}07)$ %;

$w_{Al_2O_3} = (2{,}10 \pm 0{,}13)$ %.

6.3 Контроль внутрилабораторной прецизионности

Рассчитывают расхождение результатов определений массовой доли оксида алюминия, полученное в условиях прецизионности. При этом должно быть выполнено следующее условие: расхождение между двумя средними результатами определений не должно превышать норматив контроля $R_л$ (таблица 1)

$$|\bar{w}_{Al_2O_{3_1}} - \bar{w}_{Al_2O_{3_2}}| \le R_л, \quad (5)$$

где $\bar{w}_{Al_2O_{3_1}}$, $\bar{w}_{Al_2O_{3_2}}$ — первое и второе значения массовой доли оксида алюминия, %.

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

[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».

6.4 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 алюминия в образце для контроля $\overline{w}_{Al_2O_3}$ от аттестованного (расчетного) значения A_{co} не превышает норматива контроля точности K_T (см. таблицу 1)

$$|\overline{w}_{Al_2O_3} - A_{co}| \le K_T, \quad (6)$$

то результаты контрольной процедуры признают удовлетворительными.

При невыполнении условия (6) определение повторяют. При повторном невыполнении условия (6) определения прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам.

7 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;
- значение результата определения оксида алюминия;
- 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 621.315.612.8:546.621-31.06:006.354 МКС 81.080

Ключевые слова: периклаз электротехнический, оксид алюминия, фотометрический метод

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 16.12.2022. Подписано в печать 22.12.2022. 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