ГОСТ 3594.14–93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНЫ ФОРМОВОЧНЫЕ ОГНЕУПОРНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА (III)

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

Минск

59

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Российской Федерацией

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.
За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Казахстан	Казгланстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменгосстандарт
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Издательство стандартов, 1994

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Технического секретариата Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНЫ ФОРМОВОЧНЫЕ ОГНЕУПОРНЫЕ

Метод определения оксида железа (III)

Moulding refractory clays.
Method for determination of ferric oxidr (III)

Дата введения 1995—01—01

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на комовые и порошкообразные огнеупорные глины каолинитового и каолинитогидрослюдистого состава (далее — глины), применяемые в литейном производстве в качестве минеральных связующих в составах формовочных и стержневых смесей, и устанавливает фотометрический метод определения массовой доли оксида железа (III).

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

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты и технические условия:

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3118—74 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

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

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 3594.0—93 Глины формовочные огнеупорные. Общие требования к методам испытаний

ТУ 6—09—5346—87 Аммиак водный

3 АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

3.1 Весы лабораторные 2-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г с погрешностью ±0,2 мг по ГОСТ 24104.

3.2 Фотоэлектроколориметр.

3.3 Чашки платиновые по ГОСТ 6563.

3.4 Тигли платиновые № 100—7, 100—10 по ГОСТ 6563.

3.5 Колба мерная вместимостью 250 см³ и 100 см³ по ГОСТ 1770.

3.6 Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

3.7 Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

3.8 Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:5.

3.9 Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, 25 %-ный раствор.

3.10 Аммиак водный по ТУ 6—09—5346.

3.11 Стандартные растворы оксида железа:

— стандартный раствор А:

0,1 г высушенного при температуре 105—110 °С оксида железа (III) помещают в коническую колбу вместимостью 500 см, приливают 50 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоты и, покрыв колбу стеклянным шариком, нагревают на водяной бане до полного растворения, затем охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ стандартного раствора содержит 0,0001 г оксида железа (III).

— Стандартный раствор Б:

Отмеривают пипеткой 20 см³ стандартного раствора А в колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 1 см³ разбавленной 1:5 серной кислоты и доливают водой до метки. 1 см³ стандартного раствора Б содержит 0,00002 г оксида железа (III).

4 ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

4.1 Общие требования к методу испытания — по ГОСТ 3594.0.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

5.1 Навеску глины массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, помещают в муфельную печь и обжигают в течение 5—10 мин при температуре 800—900 °С, затем охлаждают, смачивают водой, приливают 15—20 см³ фтористоводородной кислоты и 5 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты, выпаривают до выделения паров серной кислоты. Охлаждают, обмывают стенки чашки водой и выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 10—15 мл разбавленной 1:1 соляной кислоты, 5—100 см³ воды нагревают до полного растворения солей и фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 см³ через фильтр «белая лента». Осадок на фильтре промывают горячей водой 5—7 раз, фильтр с осадком подсушивают и сжигают в платиновом тигле. Остаток сплавляют с 1—2 г карбоната натрия или пиросульфата калия. Плав охлаждают, растворяют в разбавленной 1:5 соляной кислоте и присоединяют к фильтрату. При сплавлении с карбонатом натрия после растворения плава в соляной кислоте раствор кипятят для удаления углекислоты.

От фильтрата отбирают аликвоту объемом 5—25 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 15 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и разбавленного аммиака до неизменяющейся желтой окраски раствора. Раствор охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 30—50 мм.

5.2 Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

5.3 По оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание оксида железа (III) по градуировочному графику.

5.4 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см³ отмеривают 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 и 25,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004 и 0,0005 г оксида железа (III). К растворам приливают по 15 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и разбавленного аммиака до неизменяющейся желтой окраски, растворы охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность. По найденной оптической плотности и известным содержаниям оксида железа (III) строят градуировочный график.

6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1 Массовую долю оксида железа (III) X в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{V \cdot m}, \qquad (1)$$

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

250 — объем исходного раствора, см^3;

V — объем аликвоты раствора, см^3;

m — масса навески глины, г.

Результаты анализа рассчитывают до третьего и округляют до второго десятичного знака.

7 ТОЧНОСТЬ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

7.1 Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,05 % при массовой доле оксида железа (III) до 1,0 % и 0,1 % при массовой доле оксида железа (III) свыше 1,0 %. Если расхождения превышают установленные значения, то определение повторяют.

7.2 За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов трех определений.

УДК 666.32.001.4:006.354 А59 ОКСТУ 4191

Ключевые слова: глины формовочные огнеупорные, определение оксида железа (III)

gost.e-ecolog.ru