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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
23673.2—
2020**

ДОЛОМИТ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Методы определения оксида железа

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

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 Акционерным обществом «Институт стекла», Техническим комитетом по стандартизации ТК 41 «Стекло»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 марта 2020 г. № 128-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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 июня 2020 г. № 266-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 23673.2—2020 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2021 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 23673.2—79

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»

© Стандартинформ, оформление, 2020

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

МКС 81.040.10

Поправка к ГОСТ 23673.2—2020 Доломит для стекольной промышленности. Методы определения оксида железа

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2020 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ДОЛОМИТ ДЛЯ СТЕКОЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Методы определения оксида железа

Dolomite bor glass industry. Methods for determination of ferric oxide

Дата введения — 2021—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на доломит и известняк, предназначенный для стекольной промышленности, и устанавливает методы количественного определения оксида железа:

- фотоколориметрический метод определения оксида железа, растворимого в соляной кислоте;
- рентгеноспектральный флуоресцентный метод анализа определения оксида железа.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

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

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 22867 Реактивы. Аммоний азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 23673.0 Доломит для стекольной промышленности. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 23673.1 Доломит для стекольной промышленности. Методы определения оксидов кальция и магния

ГОСТ 23673.7 Доломит для стекольной промышленности. Метод анализа кислотонерастворимого остатка

ГОСТ 23932 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

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

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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

ГОСТ OIML R 111-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов E_1, E_2, F_1, F_2, M_1, M_{1-2}, M_2, M_{2-3} и M_3. Часть 1. Метрологические и технические требования

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 по указателям национальных стандартов, издаваемых в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. 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

3.1 Общие требования к методам определения массовой доли оксида железа — по ГОСТ 23673.0.

3.2 Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не ниже установленных, а также реактивов и лабораторной посуды, по качеству соответствующих указанным.

4 Определение оксида железа фотоколориметрическим методом

4.1 Сущность метода

4.1.1 Сущность метода заключается в образовании в аммиачной среде при pH 8,0—11,5 окрашенного в желтый цвет комплексного соединения сульфосалицилата железа и фотометрировании окрашенного раствора.

4.2 Средства измерений, аппаратура, реактивы и растворы

4.2.1 Для проведения анализа применяют:

- бюретки по ГОСТ 29251;
- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1;
- колбы 1(2)-100(250, 500, 1000)-2 по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2-250 ТХС, Кн-2-500 ТХС, Кн-2-750 ТХС и Кн-2-1000 ТХС по ГОСТ 23932, ГОСТ 25336;
- колориметр фотоэлектрический или спектрофотоколориметр;
- набор гирь по ГОСТ OIML R 111-1;
- печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую:
- температуру нагрева от 1000 °С до 1100 °С;
- поддержание температуры с точностью ±10 °С;
- пипетки номинальной вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 29227;
- стакан стеклянный по ГОСТ 23932, ГОСТ 25336;
- тигли платиновые по ГОСТ 6563;
- эксикатор по ГОСТ 23932, ГОСТ 25336;
- электроплитку по ГОСТ 14919;
- аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 10 %;
- аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор с массовой долей 2 %;
- аммоний хлористый по ГОСТ 3773, раствор молярной концентрации, равной $c(NH_4Cl) = 1$ моль/$дм^3$;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- квасцы железоаммонийные по нормативному документу;
- кислоту сульфосалициловую по ГОСТ 4478, раствор с массовой долей 20 %;
- кислоту соляную по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 10 %;
- раствор метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1;

4.3 Подготовка к анализу

4.3.1 Приготовление стандартных растворов оксида железа

4.3.1.1 Раствор А готовят следующим образом: 6,0397 г железоаммонийных квасцов помещают в стакан вместимостью от 350 до 550 $см^3$ и растворяют в 100 $см^3$ воды, подкисленной 30 $см^3$ соляной кислоты, раствор с массовой долей 10 %, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор А содержит 1 мг/$см^3$ оксида железа.

Титр раствора устанавливают весовым методом. Для этого в три стакана вместимостью от 300 до 400 $см^3$ отмеряют с помощью бюретки или пипетки 5, 15 и 25 $см^3$ стандартного раствора А, доливают водой до объема от 100 до 150 $см^3$, нагревают до кипения и осаждают гидроксид железа аммиаком в присутствии метилового красного. Полученный осадок фильтруют через бумажный фильтр (беззольный) «белая лента», промывают раствором температурой не менее 75 °С азотнокислого аммония с массовой долей 2 %, в который добавлено несколько капель аммиака раствор с массовой долей 10 %, до отрицательной реакции на ион хлора (проба с раствором азотнокислого серебра). Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный платиновый тигель, озоляют и прокаливают до постоянной массы при температуре от 800 °С до 850 °С. Тигель с прокаленным осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Полученные весовым методом содержания оксида железа в граммах делят на количество стандартного раствора в $см^3$ взятого в каждом отдельном случае и вычисляют среднее содержание оксида железа в граммах в 1 $см^3$ стандартного раствора.

4.3.1.2 Раствор Б, содержащий 0,1 мг/$см^3$ оксида железа, готовят разбавлением раствора А в 10 раз.

4.3.1.3 Раствор В, содержащий 0,01 мг/$см^3$ оксида железа, готовят разбавлением раствора Б в 10 раз.

Растворы Б и В готовят непосредственно перед использованием.

4.4 Проведение анализа

4.4.1 От фильтрата, полученного по ГОСТ 23673.1, в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ отбирают аликвотную часть раствора объемом 25 $см^3$, приливают 10 $см^3$ раствора хлористого аммония молярной концентрации, равной c (NH_4Cl) = 1 моль/$дм^3$, 15 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты с массовой долей 20 %, по каплям раствор аммиака с массовой долей 10 % до устойчивого желтого окрашивания и сверх того еще 3 $см^3$. Затем доливают водой до метки и перемешивают.

4.4.2 Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре (спектрофотоколориметре), применяя синий светофильтр (λ = 450 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

Исходя из величины оптической плотности анализируемого раствора по градуировочному графику определяют содержание железа.

4.4.3 Для построения первого градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ отмеряют бюреткой или пипеткой 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; и 10,0 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005; 0,0006; 0,0007; 0,0008; 0,0009 и 0,0010 г оксида железа. Приливают в каждую колбу по 10 $см^3$ раствора хлористого аммония молярной концентрации, равной c (NH_4Cl) = 1 моль/$дм^3$, 15 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты с массовой долей 20 %, по каплям раствор аммиака с массовой долей 10 % до появления устойчивого желтого окрашивания и сверх того еще 3 $см^3$. Растворы доливают водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность, как указано в 4.4.2.

В качестве раствора сравнения применяют раствор первой колбы, не содержащий оксид железа.

Для построения градуировочного графика берут среднеарифметическое значение результатов трех измерений оптической плотности каждого раствора.

По полученным средним значениям оптической плотности и известным содержаниям оксида железа строят градуировочный график.

4.4.4 Для построения второго градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ отмеряют бюреткой или пипеткой 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0 и 10,0 $см^3$ стандартного раствора В, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00003; 0,00004; 0,00005; 0.00006; 0,00007; 0,00008; 0,00009 и 0,00010 г оксида железа. Далее продолжают, как указано в 4.4.3.

4.4.5 Определение содержания оксида железа в кислотонерастворимом остатке — по ГОСТ 23673.7.

4.5 Обработка результатов

4.5.1 Массовую долю оксида железа X, растворимого в соляной кислоте, в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m}, \quad (1)$$

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

V — общий объем анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески доломита, г.

4.5.2 Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать 0,05 %.

5 Определение оксида железа рентгеноспектральным флуоресцентным методом

5.1 Сущность метода

Сущность метода состоит в использовании зависимости между интенсивностью вторичного флуоресцентного излучения элементов, содержащихся в песке, и концентрацией входящих в его состав оксида железа (III).

5.2 Средства измерений, оборудование, реактивы

5.2.1 Для проведения анализа применяют:

- рентгенофлуоресцентные спектрометры, обеспечивающие точность анализа не ниже указанной в 4.5.2, 5.5.2.

Допускается применение другой аппаратуры, оборудования и материалов, обеспечивающих точность анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

5.3 Подготовка пробы для измерений (анализа)

5.3.1 Подготовку пробы для анализа проводят в соответствии с методикой пробоподготовки, утвержденной в установленном порядке.

5.3.2 Для проведения анализа готовят два образца-излучателя (таблетки) в соответствии с инструкцией к спектрометру.

5.4 Проведение измерений

5.4.1 Подготовку измерительной аппаратуры к работе проводят в соответствии с инструкцией по ее эксплуатации

5.4.2 Измерения проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрометра и методикой выполнения измерений, утвержденной в установленном порядке.

5.5 Обработка результатов измерений

5.5.1 Обработку и оценку результатов измерений проводят в соответствии с методикой выполнения измерений, утвержденной в установленном порядке.

5.5.2 Результаты измерений признают правильными, если абсолютное расхождение двух результатов параллельных измерений не превышает 0,007 %.

5.5.3 Если абсолютное расхождение между двумя результатами параллельных измерений превышает значение 0,007 %, то проводят третье измерение на третьем образце-излучателе (таблетке). Если максимальное расхождение между тремя результатами измерений не превышает значение 0,008 % (критический диапазон для трех параллельных измерений для доверительной вероятности P = 0,95) в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение трех результатов параллельных измерений.

Если максимальное расхождение между тремя результатами параллельных измерений превысит 0,008 %, анализ повторяют на свежеприготовленных таблетках. Если при повторном анализе абсолютное расхождение между двумя результатами параллельных измерений превысит 0,008 %, анализ данной пробы прекращают до установления и устранения причин, вызвавших повышенное рассеяние результатов.

5.5.4 Погрешность (Δ) определения массовой доли оксида железа составляет 0,05 %.

6 Оформление результатов анализов

Результаты анализов, в том числе промежуточные, записывают в журнал. При необходимости результаты анализов оформляют протоколом, который оформляют по ГОСТ 23672.0.

УДК 666.123.35:546.723-31.06:006.354 МКС 81.040.10

Ключевые слова: доломит, определение оксида железа, обработка результатов

БЗ 3—2020/37

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 19.06.2020. Подписано в печать 07.07.2020. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru