ГОСТ 25542.2—93
(ИСО 805—76)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

БЗ 1—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ,
МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

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 стандартизации
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Госдепартамент Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 25542.2—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.01.95

4 ВЗАМЕН ГОСТ 26642.2—82

© ИПК Издательство стандартов, 1995

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен на территории Российской Федерации в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

УДК 669.712:546.28—31.06 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

Методы определения оксида железа

Alumina. Methods for the determination of iron oxide

ГОСТ 25542.2—93 (ИСО 805—76)

ОКСТУ 1711

Дата введения 01.01.95

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на глинозем, используемый преимущественно для производства алюминия, и устанавливает фотометрический с применением 1,10-фенантролина *(или* α, α′*-дипиридилом)* и *атомно-абсорбционный* методы определения оксида железа при массовой доле его от 0,005 до 0,2%.

Дополнения и изменения, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ 25389 Глинозем. Метод подготовки пробы к испытанию.

ГОСТ 25542.0 Глинозем. Общие требования к методам химического анализа.

ГОСТ Р 50332.1 Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления раствора.

ГОСТ 27798 Глинозем. Отбор и подготовка проб.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на щелочном разложении пробы, восстановлении трехвалентного железа гидроксиламином или аскорбиновой кислотой, образовании оранжево-красного комплексного соединения двухвалентного железа с 1,10-фенантролином *или* α, α′*-дипиридилом* и измерении оптической плотности раствора при длине волны 510 нм.

Издание официальное

Примечание. Алюминий, который обычно присутствует в глиноземе (в виде примесей) и во флюсе, помех определению не создает.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

pH-метр.

Спектрофотометр или

фотоэлектрический абсорбциометр в комплекте с фильтрами, обеспечивающими максимальную светосилу в диапазоне длин волн 500—520 нм.

При анализе следует использовать только реактивы, отвечающие аналитической классификации и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

Хлорида гидроксиламин ($NH_2OH \cdot HC$), раствор с *массовой долей 10* %, (концентрацией 10 г/дм^3) свежеприготовленный.

Гидрохлорид *1,10-фенантролина* или 1,10-фенантролина гидрохлорид моногидрат ($C_{12}H_8N_2 \cdot HCl \cdot H_2O$), раствор концентрацией 2,5 г/дм^3 (или с массовой долей 0,25%).

Вместо этого раствора допускается использовать моногидрат 1,10-фенантролина ($C_{12}H_8N_2H_2O$).

Буферный раствор с pH 4,9.

Растворяют 272 г ацетата натрия тригидрата ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$) *(или 164 г уксуснокислого натрия)* в 500 см^3 воды, добавляют 240 см^3 раствора ледяной уксусной кислоты 17,4 моль/дм^3 плотностью примерно 1,05 г/см^3 и разбавляют водой до 1000 см^3 и перемешивают.

Ацетат натрия, тригидрат ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$), *(натрий уксуснокислый)* раствор 500 г/см^3 *(с массовой долей 50* %).

Раствор уксусной кислоты.

Растворяют 500 см^3 ледяной уксусной кислоты плотностью 1,05 г/см^3 и концентрацией около 17,4 моль/дм^3 в воде, доводят общий объем раствора до 1000 см^3.

Железо карбонильное, ОСЧ.

Железа (III) оксид.

Стандартные растворы железа:

раствор А, приготовленный по одному из двух способов:

0,982 г железа (II) аммонийного сульфата, гексагидрата [$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$)], помещают в химический стакан достаточной вместимостью (например 100 см^3) и растворяют в воде. Затем добавляют 20 см^3 раствора серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3, полученную смесь охлаждают и переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают

или *0,1399 г железа,* или 0,2000 г оксида железа (III), предварительно прокаленного при 600°С *в течение 1 ч* и охлажденного

в эксикаторе помещают в стакан соответствующей вместимости (например 100 см³), добавляют 10 см³ раствора хлористоводородной кислоты плотностью 1,19 г/мл и *1—2 см³ азотной кислоты*, полученную смесь слабо нагревают до полного растворения. *Охлаждают раствор, переносят количественно в мерную колбу* вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,200 мг оксида железа (III) *(0,0002 г)*.

Раствор Б: 50,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят непосредственно перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,010 мг *(0,00001 г)* оксида железа (III).

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота уксусная (ледяная) по ГОСТ 61 и раствор 1:1.

α, α′-дипиридил, раствор с массовой долей 0,25 %.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 10 %, свежеприготовленный.

Индикаторная бумага для определения pH в интервале 3,5—4,2.

3.3. Проведение анализа

3.3.1 В *зависимости от массовой доли оксида железа отбирают* аликвотную часть азотнокислого и серно-кислого растворов пробы, приготовленных разложением пробы сплавлением по ГОСТ Р 50332.1 или серно-кислого раствора пробы, приготовленного разложением пробы сплавлением по ГОСТ Р 50332.1, согласно табл. 1, *или табл. 2, 3* и помещают в стакан вместимостью 100 см³.

При необходимости раствор доводят водой до объема 50 см³, добавляют 5 см³ раствора гидроксиламина *или аскорбиновой кислоты*, 5 см³ раствора 1,10-фенантролина или гидрохлорида 1,10-фенантролина *или α, α′-дипиридила* и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля оксида железа (III), %	Объем мерной колбы для основного раствора, см³	Объем аликвотной части раствора пробы, см³	Масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г
0,005—0,01	250	50,0	1,00
0,01—0,04	500	50,0	0,50
Свыше 0,04	500	25,0	0,25

Таблица 2

Массовая доля оксида железа (III), %	*Объем мерной колбы для основного раствора, см³*	*Объем аликвотной части раствора пробы, см³*	*Масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г*
От 0,005 до 0,02	*250*	*50*	*1,0*
Св. 0,02 » 0,05	*250*	*20*	*0,4*
» 0,05 » 0,2	*250*	*5*	*0,1*

Таблица 3

Массовая доля оксида железа (III), %	*Объем мерной колбы для основного раствора, см³*	*Объем аликвотной части раствора пробы, см³*	*Масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г*
От 0,005 до 0,04	*100*	*50*	*0,50*
Св. 0,04 » 0,1	*100*	*25*	*0,25*
» 0,1 » 0,2	*100*	*10*	*0,10*

Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 510 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

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

3.3.2. Холостой (*контрольный*) опыт. Холостой опыт проводят одновременно с анализом, используя ту же методику и те же реактивы.

При отборе аликвотных частей для холостого опыта используют раствор, не содержащий особо чистый оксид алюминия.

3.3.3. Построение градуировочного графика.

В шесть мерных колб вместимостью 100 см³ каждая отбирают 0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,000025; 0,00005; 0,0001; 0,00015 и 0,0002 г оксида железа (III). Во все колбы добавляют воду до объема 50 см³, затем по 5 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина или аскорбиновой кислоты и далее поступают согласно п. 3.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора железа.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам оксида железа (III) строят градуировочный график.

3.3.4. По градуировочному графику находят массовую долю железа, соответствующую результатам фотометрических измерений основного раствора и раствора для холостого опыта.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю оксида железа (III) (X) вычисляют по формуле

$$(m_1 - m_2) \times \frac{D}{10m_0},$$

где m_0 — масса анализируемой пробы, взятой для приготовления основного раствора, г;

m_1 — масса оксида железа (III), найденная при анализе аликвотной части основного раствора, мг

m_2 — масса оксида железа (III), найденная при анализе аликвотной части, соответствующей раствору для холостого опыта, мг;

D — отношение объема основного раствора к объему его аликвотной части, которая была взята для анализа.

Примечание. Аликвотная часть раствора для холостого опыта после приготовления, которое проводилось применительно к условиям фотометрического анализа обычно показывает слабое окрашивание. В этом случае его целесообразно использовать в качестве эталонного раствора. Формула для выражения конечного результата в данной ситуации принимает вид

$$m_1 \cdot \frac{D}{10m_0}$$

или по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

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

V_1 *— объем основного раствора, см*^{3}*;*

m *— масса навески глинозема, г;*

V_2 *— объем аликвотной части раствора, см*^{3}*.*

3.4.2. *Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в табл. 4.*

Таблица 4

Массовая доля оксида (III), %	*Допускаемое расхождение, % (абс.)*	
	Сходимость	*Воспроизводимость*
От 0,005 до 0,010 включ.	*0,003*	*0,005*
Св. 0,010 » 0,050 »	*0,005*	*0,008*
» 0,050 » 0,100 »	*0,008*	*0,015*
» 0,10 » 0,20 »	*0,01*	*0,02*

3.5. Протокол анализа

Протокол анализа должен содержать следующие данные:

идентификацию исследуемого материала;

ссылку на применяемый метод;

результаты анализа и метод их выражения;

особенности процесса анализа;

любые операции, не предусмотренные в настоящем стандарте, считающиеся необязательными.

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

Метод основан на кислотном или щелочном разложении пробы и измерении атомной абсорбции железа в пламени ацетилен — воздух при длине волны 248,3 нм.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями и источником излучения для железа.

Ацетилен технический по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и раствор 8 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 1:1.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Никель хлористый по ГОСТ 4038, раствор с массовой долей 0,2%.

Ртуть по ГОСТ 4658.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Алюминий марки А995 по ГОСТ 11069, стружка.

Стружку очищают ацетоном, высушивают в сушильном шкафу при 100°С в течение 3—4 мин, охлаждают в эксикаторе.

Алюминий, раствор 26,5 г/дм^3: 26,50 г алюминия помещают в стакан вместимостью 1000 см^3, накрывают часовым стеклом и небольшими порциями добавляют 600 см^3 раствора соляной кислоты, затем 1 см^3 раствора хлористого никеля или каплю ртути. После прекращения бурной реакции раствор нагревают до полного растворения стружки, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Железо карбонильное ОСЧ.

Железа (III) оксид.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 0,6994 г железа или 1,0000 г предварительно про-

каленного при температуре 600°С в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе оксида железа (III) растворяют в стакане вместимостью 250 см³ в 10 см³ раствора соляной кислоты при слабом нагревании, добавляя 5 см³ азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г оксида железа (III).

Раствор Б: 50,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0005 г оксида железа (III).

Раствор В: 20,0 см³ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора соляной кислоты, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,0001 г оксида железа (III).

4.2. Проведение анализа

4.2.1. При массовой доле оксида железа до 0,05% используют для анализа раствор пробы, приготовленный по ГОСТ Р 50332.1. В случае раствора пробы, приготовленного по методу разложения пробы сплавлением, используют азотнокислый раствор.

Раствор контрольного опыта готовят по ГОСТ Р 50332.1, добавляя в мерную колбу 20 см³ раствора алюминия при кислотном разложении пробы и 100 см³ раствора алюминия при щелочном разложении пробы сплавлением.

При массовой доле оксида железа свыше 0,05% аликвотную часть вышеуказанного раствора пробы объемом 10 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Измеряют атомную абсорбцию железа в растворе пробы параллельно с растворами для построения градуировочного графика и контрольного опыта в пламени ацетилен — воздух при длине волны 248,3 нм.

Из значения атомной абсорбции раствора пробы вычитают значение атомной абсорбции раствора контрольного опыта. Массу оксида железа находят по градуировочному графику.

4.2.2. Построение градуировочного графика.

4.2.2.1. При массовой доле оксида железа от 0,005 до 0,05 %.

В семь мерных колб вместимостью 250 см³ каждая отбирают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,00025; 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002 и 0,0025 г оксида железа. Во все колбы добавляют по 100 см³ раствора алюминия. В случае кислотного разложения во все колбы добавляют также по 7,5 см³ раствора серной кислоты, а в случае

щелочного сплавления — по 12 г углекислого натрия, 4 г борной кислоты и 50 см³ раствора азотной кислоты.

4.2.2.2. При массовой доле оксида железа от 0,05 до 0,20%.

В шесть мерных колб вместимостью 50 см³ каждая отбирают 0; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 и 4,0 см³ стандартного раствора В, что соответствует 0; 0,0001; 0,00015; 0,0002; 0,0003 и 0,0004 г оксида железа. Во все колбы добавляют по 4 см³ раствора алюминия. В случае кислотного разложения во все колбы добавляют также по 0,3 см³ раствора серной кислоты, а в случае щелочного сплавления — по 0,48 г углекислого натрия, 0,16 г борной кислоты и 2 см³ раствора азотной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию железа в пламени ацетилен — воздух при длине 248,3 нм непосредственно до и после измерения атомной абсорбции железа в растворе пробы.

Из значений атомной абсорбции растворов вычитают значение атомной абсорбции раствора, не содержащего стандартный раствор железа, и по полученным значениям и соответствующим им массам оксида железа строят градуировочный график.

4.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

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

V_1 — объем основного раствора, см³;

m — масса навески глинозема, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см³.

4.3.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в табл. 3.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 61—75	3.2
ГОСТ 83—79	4.1
ГОСТ 2603—79	4.1
ГОСТ 3118—77	3.2, 4.1
ГОСТ 4038—79	4.1
ГОСТ 4204—77	4.1
ГОСТ 4461—77	4.1
ГОСТ 4658—73	4.1
ГОСТ 5456—79	3.1
ГОСТ 5457—75	4.1
ГОСТ 9656—75	4.1
ГОСТ 11069—74	4.1
ГОСТ 25389—93	2
ГОСТ 25542.0—93	2
ГОСТ 27798—93	2
ГОСТ Р 50332.1—92	2, 3.3.1, 4.2.1

Редактор *М И Максимова*
Технический редактор *Н. С Гришанова*
Корректор *Н Л Шнайдер*

Сдано в наб 25 05 95 Подп в печ 28 07 95 Усл п л 0,70 Усл кр отт 0,70
Уч изд л 0,57 Тир 416 экз С 2694

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Калужская типография стандартов, ул Московская, 256 Зак 1464
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru