

ПЕРИКЛАЗ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы определения окиси железа

ГОСТ
24523.3—80Electrotechnical periclase. Methods for the determination
of ferric oxide

МКС 81.080

Дата введения 01.07.83

Настоящий стандарт распространяется на электротехнический периклаз и устанавливает фотометрические методы определения массовых долей окиси железа с сульфосалициловой кислотой и 1,10-фенантролином и атомно-абсорбционный в диапазоне от 0,04 до 0,4 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 24523.0.

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ЖЕЛЕЗА С СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ

2.1. Сущность метода заключается в образовании желтого комплексного соединения железа с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде при pH 8—11,5 и фотометрировании окрашенного раствора при длине волны 430 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа используют:

плитку электрическую с закрытой спиралью;

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа;

железо карбонильное по ГОСТ 13610;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:1;

кислоту азотную по ГОСТ 4461;

аммоний виннокислый средний, 25 %-ный раствор;

кислоту сульфосалициловую по ГОСТ 4478, 20 %-ный раствор;

аммиак водный по ГОСТ 3760, разбавленный 1:1;

растворы окиси железа стандартные;

раствор А; готовят следующим образом: 0,6994 г карбонильного железа растворяют в 100 см³ соляной кислоты при умеренном нагревании, добавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания, нагревают до удаления окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 0,001 г окиси железа;

раствор Б; готовят перед употреблением следующим образом: 10 см³ стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 0,0001 г окиси железа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. От анализируемого раствора, полученного по разд. 3 ГОСТ 24523.1 или по разд. 3 ГОСТ 24523.5, отбирают аликвотную часть объемом 50 см³.

2.3.2. Допускается готовить анализируемый раствор без сплавления навески. Для этого навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 15 см³ соляной кислоты при нагревании, не доводя до кипения. После растворения навески добавляют 1—2 капли азотной

С. 2 ГОСТ 24523.3—80

кислоты и продолжают нагревание в течение 2—3 мин. Приливают 10 см³ теплой воды, нагревают в течение 10—15 мин, не доводя до кипения, охлаждают, фильтруют через фильтр средней плотности в мерную колбу вместимостью 100 см³. Фильтр промывают три раза водой. Раствор доводят водой до метки и перемешивают.

Т а б л и ц а 1

| Предполагаемая массовая доля окиси железа, % | Объем аликвотной части раствора, см ³ |
|--|--|
| От 0,04 до 0,10 | 50 |
| Св. 0,10 » 0,20 | 20 |
| » 0,20 » 0,40 | 10 |

раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 2 см³ раствора виннокислого аммония, 10 см³ сульфосалициловой кислоты и 10 см³ раствора аммиака, доводят водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, применяя синий светофильтр со светопропусканием 400—450 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения служит раствор контрольного опыта.

По величине оптической плотности анализируемого раствора устанавливают массу окиси железа по градуировочному графику.

2.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ каждая отбирают микробюреткой 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030; 0,00040 и 0,00050 г окиси железа.

В каждую колбу приливают 10 см³ сульфосалициловой кислоты, 20 см³ воды и 10 см³ раствора аммиака, доливают водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность растворов измеряют на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, применяя синий светофильтр со светопропусканием 400—450 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм.

В качестве раствора сравнения служит раствор контрольного опыта. По полученным средним значениям оптической плотности растворов и известным массам окиси железа строят градуировочный график.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю окиси железа (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1},$$

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

V — общий объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части анализируемого раствора, см³.

2.5.2. Нормы контроля точности определения массовой доли окиси железа приведены в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

| Массовая доля окиси железа, % | Δ , % | Допускаемое расхождение, % | | |
|-------------------------------|--------------|----------------------------|-------|----------|
| | | d_2 | d_k | δ |
| От 0,04 до 0,05 включ. | 0,011 | 0,012 | 0,014 | 0,007 |
| Св. 0,05 » 0,10 » | 0,016 | 0,017 | 0,020 | 0,010 |
| » 0,1 » 0,2 » | 0,02 | 0,02 | 0,03 | 0,01 |
| » 0,2 » 0,4 » | 0,03 | 0,03 | 0,04 | 0,02 |

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ЖЕЛЕЗА С 1,10-ФЕНАНТРОЛИНОМ

3.1. Сущность метода заключается в образовании оранжево-красного комплексного соединения двухвалентного железа с 1,10-фенантролином при pH 2—9 и фотометрировании окрашенного раствора при длине волны 510 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа используют:

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа;

гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, 10 %-ный раствор;

кислоту уксусную по ГОСТ 61 и разбавленную 1:1;

1,10-фенантролин (*o*-фенантролин), 1%-ный раствор; готовят следующим образом: 1 г 1,10-фенантролина растворяют в 100 см³ уксусной кислоты, разбавленной 1:1;

аммиак водный по ГОСТ 3760;

индикатор универсальный, бумага;

буферный раствор с pH 6; готовят следующим образом: 140 см³ концентрированной уксусной кислоты разбавляют в 1700 см³ воды, приливают осторожно, при постоянном перемешивании 140 см³ водного аммиака. Раствор охлаждают, приливают аммиак или уксусную кислоту до установления pH 6 по универсальной индикаторной бумаге;

раствор окиси железа стандартный, раствор В; готовят перед употреблением следующим образом: 10 см³ стандартного раствора Б, приготовленного по п. 2.2, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора содержит 0,00001 г окиси железа.

3.3. Проведение анализа

От анализируемого раствора, полученного по разд. 3 ГОСТ 24523.1, отбирают аликвотную часть объемом 25 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 2 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, перемешивают и оставляют на 10 мин. Приливают 5 см³ раствора 1,10-фенантролина и вводят буферный раствор до установления величины pH 3,5 по универсальной индикаторной бумаге. Через 15 мин доводят водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, применяя зеленый светофильтр со светопропусканием 480—580 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения служит раствор контрольного опыта.

По величине оптической плотности анализируемого раствора устанавливают массу окиси железа по градуировочному графику.

3.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ каждая отбирают 1; 2; 5; 10; 20 и 25 см³ раствора В, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00005; 0,00010; 0,00020 и 0,00025 г окиси железа.

В каждую колбу приливают 2 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, перемешивают и оставляют на 10 мин. Приливают 5 см³ раствора 1,10-фенантролина и вводят буферный раствор до установления величины pH 3,5 по универсальной индикаторной бумаге. Через 15 мин доводят водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, применяя зеленый светофильтр со светопропусканием 480—580 нм и кювету с толщиной колориметрируемого слоя 30 мм. В качестве раствора сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю окиси железа в процентах вычисляют по п. 2.5.1.

3.5.2. Нормы контроля точности определения массовой доли окиси железа приведены в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.6. (Исключен, Изм. № 1).

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

4.1. Сущность метода заключается в измерении поглощения излучения с длиной волны 248,3 нм атомами железа в пламени ацетилен—воздух.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа используют:

атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для железа; баллон с ацетиленом;

баллон со сжатым воздухом или компрессор;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, разбавленную 1:3;

фоновый раствор; готовят следующим образом: 16—20 г смеси для сплавления, приготовленной по п. 2.1 ГОСТ 24523.1, растворяют при нагревании в 240 см³ соляной кислоты, разбавляют водой до 1 дм³ и перемешивают.

4.3. Проведение анализа

Для определения окиси железа используют раствор, полученный по п. 3.1 ГОСТ 24523.1.

Атомное поглощение этого раствора измеряют в верхней части окислительного воздушно-ацетиленового пламени при длине волны 248,3 нм.

По величине атомного поглощения устанавливают массу окиси железа по градуировочному графику.

4.4. Построение градуировочного графика

4.4.1. Приготовление стандартных градуировочных растворов

В мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают микробюреткой 0; 0,05; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 и 9,0 см³ раствора Б, приготовленного по п. 2.2, 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 окиси железа.

Колбы доливают фоновым раствором до метки и перемешивают.

4.4.2. Атомное поглощение стандартных градуировочных растворов дважды измеряют в верхней части окислительного воздушно-ацетиленового пламени при длине волны 248,3 нм.

По полученным средним значениям атомного поглощения растворов с учетом атомного поглощения контрольного опыта и известным массам окиси железа строят градуировочный график.

4.5. Обработка результатов

4.5.1. Массовую долю окиси железа (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 2,5 \cdot 100}{m},$$

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

2,5 — коэффициент, учитывающий разбавление анализируемого раствора до 250 см³;

m — масса навески, г.

4.1—4.5.1. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

4.5.2. Нормы контроля точности определения массовой доли окиси железа приведены в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.С. Турчанинов; канд. техн. наук; А.И. Узберг; Г.Г. Лопачак; А.С. Бородачев; Н.А. Бобылева;
канд. техн. наук И.М. Лоскутова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.12.80 № 6283

Изменение № 2 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 11 от 25.04.97)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2506

За принятие изменения проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|----------------------------|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Армения | Армгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Беларуси |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Киргизская Республика | Киргизстандарт |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикгосстандарт |
| Туркменистан | Главная государственная инспекция Туркменистана |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|--------------|
| ГОСТ 61—75 | 3.2 |
| ГОСТ 3118—77 | 2.2 |
| ГОСТ 3760—79 | 2.2, 3.2 |
| ГОСТ 4461—77 | 2.2 |
| ГОСТ 4478—78 | 2.2 |
| ГОСТ 5456—79 | 3.2 |
| ГОСТ 13610—79 | 2.2 |
| ГОСТ 24523.0—80 | 1.1 |
| ГОСТ 24523.1—80 | 2.3.1, 4.3 |
| ГОСТ 24523.5—80 | 2.3.1 |

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1987 г., сентябре 1997 г. (ИУС 1—88, 12—97)