

Изменение № 2 ГОСТ 2642.5—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси железа

Утверждено и введено в действие Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 07.02.92 № 117

Дата введения 01.07.92

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения окиси железа»

Refractories and refractory raw materials. Methods for the determination of iron oxide».

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначения: (СТ СЭВ 970—78, СТ СЭВ 971—88, СТ СЭВ 2888—81).

Вводная часть Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на огнеупорное сырье, материалы и изделия кремнеземистые, алюмосиликатные, глиноземистые, глиноземоизвестковые, высокомагнезиальные, магнезиально-известковые, магнезиально-шпинелидные, магнезиально-силикатные и карбидкремниевые и устанавливает методы определения окиси железа:

фотометрические при массовых долях окиси железа от 0,05 до 6 % и от 0,01 до 2,5 %, от 0,01 до 2,5 % для высокомагнезиальных, магнезиально-известковых, алюмосиликатных, кремнеземистых и карбидкремниевых, от 0,01 до 0,6 % (металлическое железо) для муллитовых, муллитокорундовых и корундовых;

комплексометрические при массовых долях окиси железа от 0,3 до 10 %, свыше 2 % для высокомагнезиальных и магнезиально-известковых и свыше 1 % для алюмосиликатных, кремнеземистых и карбидкремниевых;

титриметрический титанометрический при массовой доле окиси железа от 2,5 до 20 %;

атомно-абсорбционные при массовых долях окиси железа от 0,01 до 10 % и от 0,01 до 12 % для высокомагнезиальных и магнезиально-известковых»;

второй абзац исключить.

Раздел 2. Наименование. Заменить значение: 0,5 на 0,05.

Пункт 2.2. Третий абзац дополнить словами: «или спектрофотометр»;

заменить слова: «раствор 300 г/дм³» на «раствор с массовой долей 30 %»; «ГОСТ 4951—79, раствор 250 г/дм³» на «ТУ 6—09—08—2007—89, раствор с массовой долей 25 %».

Пункт 2.3.1. Второй, четвертый абзацы. Исключить слова: «(при необходимости фильтруют)»;

третий, пятый абзацы изложить в новой редакции: «При проведении анализа кремнеземистых, полуокислых, шамотных огнеупоров и огнеупорных глин с массовой долей двуокиси кремния свыше 40 % исходный раствор готовят по ГОСТ 2642.4—86 (п. 3.3.1).

Для определения окиси железа можно использовать аликвотную часть раствора, полученного по ГОСТ 2642.3—86 (разд. 2, 5)».

Пункт 2.3.2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Для определения массовой доли окиси железа отбирают аликвотную часть исходных растворов 1 или 2, приведенных в табл. 1а.

Таблица 1а

Массовая доля окиси железа, %	Объем аликвотной части раствора, см ³
От 0,05 до 1,00 включ.	25
Св. 1,00 » 3,00 »	10
» 3,00 » 6,00 »	5

(Продолжение см. с. 126)

Аликвотную часть раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 2 см³ винно-кислого аммония, 15 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, раствор аммиака до появления устойчивой желтой окраски и еще 3 см³ в избыток. Раствор охлаждают, доводят до метки водой и перемешивают; в случае выпадения осадка раствор следует отфильтровать».

Пункт 2.3.3. Первый абзац дополнить значениями: 30,0 (после 25,0), 0,0006 (после 0,0005); исключить слова: «Добавляют соответственно: 24,0; 22,5; 20,0; 15,0; 10,0; 5,0 см³ воды»;

второй абзац. Заменить значения: 15—20 на 15; 5 на 3.

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси железа приведены в табл. 1.

Пункт 3.3. Первый абзац дополнить словами: «(пп. 3.3.1, 3.3.2, 3.3.4.3)»; второй абзац. Исключить слова: «переводят количественно из стакана в коническую колбу вместимостью 300 см³».

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси железа приведены в табл. 1».

Т а б л и ц а 1

Массовая доля окиси железа, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %			
	Δ	d_k	d_2	δ
От 0,01 до 0,02 включ.	0,007	0,009	0,008	0,005
Св. 0,02 » 0,05 »	0,011	0,014	0,012	0,007
» 0,05 » 0,1 »	0,016	0,020	0,017	0,011
» 0,1 » 0,2 »	0,022	0,028	0,023	0,014
» 0,2 » 0,5 »	0,04	0,05	0,04	0,02
» 0,5 » 1,0 »	0,05	0,06	0,05	0,03
» 1 » 2 »	0,07	0,09	0,08	0,05
» 2 » 5 »	0,11	0,14	0,12	0,07
» 5 » 10 »	0,16	0,20	0,17	0,11
» 10 » 20 »	0,22	0,28	0,23	0,14

Пункт 4.2. Заменить слова: «раствор 100 г/дм³» на «раствор с массовой долей 10 %».

Пункт 4.4.2 изложить в новой редакции: «4.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси железа приведены в табл. 1».

Раздел 5. Наименование изложить в новой редакции: «5. Фотометрический метод определения окиси железа (при массовой доле окиси железа от 0,01 до 2,5 %)».

Пункт 5.1. Заменить значение: 0,60 на 2,5; дополнить словами: «разд. 2».

Пункт 5.2. Первый абзац дополнить словами: «При массовой доле окиси железа до 0,5 % отбирается аликвотная часть раствора объемом 25 см³, а свыше 0,5 % — 10 см³».

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.3: «5.3. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси железа приведены в табл. 1».

Разделы 6, 7, 10. Наименование. Заменить слово: «магнезиальных» на «высокомагнезиальных».

Пункты 6.4.2, 7.4.2, 8.5.2, 9.4.3, 10.6.2 изложить в новой редакции: «6.4.2 (7.4.2, 8.5.2, 9.4.3, 10.6.2). Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси железа приведены в табл. 1».

Стандарт дополнить разделами — 11, 12:

(Продолжение см. с. 127)

«11. Атомно-абсорбционный метод определения окиси железа (при массовой доле окиси железа от 0,01 до 10 %)

11.1. Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции железа в пламени воздух-ацетилен при длине волны 248,3 нм.

11.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для железа.

Фоновый раствор: около 5 г смеси для сплавления растворяют в 60 см³ раствора соляной кислоты (1:3). Затем раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор окиси железа и остальные реактивы по п. 2.2.

11.3. Проведение анализа

11.3.1. Приготовление исходных растворов для проведения анализа проводят по п. 2.3.1.

11.3.2. Для определения массовой доли окиси железа аликвотную часть раствора от 5 до 50 см³ (в зависимости от массовой доли окиси железа) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию железа в пламени воздух-ацетилен при длине волны 248,3 нм.

Массу окиси железа в граммах находят по градуировочному графику.

11.3.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ отмеряют аликвотные части градуировочного стандартного раствора Б: 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 см³, что соответствует 0,00002; 0,00005; 0,0001; 0,0002;

(Продолжение см. с. 128)

0,0003; 0,0004; 0,0005 г окиси железа, приливают по 25 см³ фонового раствора, доводят водой до метки, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию железа в пламени воздух-ацетилен при длине волны 248,3 нм.

По найденным значениям абсорбции за вычетом абсорбции контрольного опыта и соответствующим им массам окиси железа в граммах строят градуировочный график. Градуировочный график строят с каждой партией проб.

11.4. Обработка результатов

11.4.1. Массовую долю окиси железа (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

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

m — масса навески, содержащаяся в 100 см³ конечного раствора, г.

11.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли окиси железа приведены в табл. 1.

12. Фотометрический метод определения массовой доли металлического железа для муллитовых, муллитокорундовых и корундовых огнеупорных материалов и изделий (при массовой доле металлического железа от 0,01 до 0,6 %)

12.1. Определение массовой доли металлического железа проводят по ГОСТ 13997.5—84 (разд. 3).

12.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определений массовой доли металлического железа в пересчете на окись железа приведены в табл. 1.

(ИУС № 5 1992 г.)
