

Изменение № 1 ГОСТ 2642.5—86 Материалы и изделия огнеупорные. Методы определения окиси железа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 25.10.89 № 3174
Дата введения 01.07.90

На обложке, первой странице и вводной части стандарта заменить обозначение **СТ СЭВ 971—78 на СТ СЭВ 971—88.**

Вводная часть. Первый абзац дополнить словами: «комплексометрический метод для магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалов и изделий при массовой доле окиси железа свыше 2 % и атомно-абсорбционный метод для магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалов и изделий при массовой доле окиси железа свыше 0,01 до 12 %»

Пункты 2.2, 4.2, 6.2, 7.2, 9.2 Исключить ссылку: ГОСТ 4173 - 77.

Пункт 7.2. Третий абзац исключить:

дополнить абзацем (после седьмого): «Стандартный раствор железа. 0,6995 г железа или 1,000 г окиси железа, предварительно высушенной при температуре 105 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 100 см³ раствора соляной кислоты 1:1 при нагревании. Добавляют постепенно 5 см³ раствора перекиси водорода и кипятят 15 мин. После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и тщательно перемешивают 1 см³ стандартного раствора содержит 0,0010 г окиси железа»;

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

девятый абзац дополнить словами «раствор с массовой долей 30 %».

заменить ссылку: ГОСТ 6563—77 на ГОСТ 6563—75

Пункт 7.2.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «В стакан вместимостью 400 см³ помещают 50 см³ стандартного раствора железа, разбавляют водой до 100 см³ и нагревают до температуры 60 °С. Приливают по каплям раствор аммиака 1:1 до выпадения первого осадка гидроокисей»;

второй абзац. Исключить слова: «Раствор разбавляют водой до 100 см³, нагревают до температуры 60 °С. Приливают по каплям раствор аммиака (1 1) до появления легкой мути»;

заменить слова: «красно-фиолетовой окраски» на «интенсивной красно-фиолетовой окраски (без появления легкой мути)»;

дополнить абзацем (после второго): «Для разложения нерастворившегося остатка может быть также использована смесь для сплавления в количестве 1 -2 г»;

третий абзац. Формулу и экспликацию изложить в новой редакции:

$$C = \frac{50 \cdot 0,001}{V} ,$$

где 50 --- объем стандартного раствора железа, см³;

0,001 --- масса окиси железа в 1 см³ стандартного раствора железа, г;

(Продолжение см с. 236)

V — объем 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б, израсходованного на титрование, см³»

Пункт 7.3 Первый абзац. Заменить слова и значения: «400 см³ при нагревании» на «100 см³ при нагревании»; 3 - 5 на 5; 2—3 на 2 - 5; «растворяют водой» на «выщелачивают водой»; исключить слово. «озоляют»;

второй, третий абзацы. Заменить слова: «при температуре 60 °С» на «до температуры 60 °С»

Пункт 7.4.1 изложить в новой редакции: «7.4.1. Массовую долю окиси железа (X_4) в процентах, определенную из отдельной навески, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{V_1 \cdot C}{m} \cdot 100,$$

а определенную из аликвотной части раствора после выделения двуокиси кремния по формуле

$$X_4 = \frac{V_1 \cdot C \cdot V_2}{m \cdot V_3} \cdot 100,$$

где V_1 — объем 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

C — массовая концентрация 0,05 моль/дм³ раствора трилона Б, г/см³ окиси железа;

m — масса навески, г;

V_2 — общий объем исходного раствора, см³;

V_3 — объем аликвотной части исходного раствора, см³».

Пункт 7.4.2. Таблицу 3 изложить в новой редакции.

Таблица 3

Массовая доля окиси железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,01 до 0,02 включ.	0,002
Св. 0,02 » 0,05 »	0,003
» 0,05 » 0,10 »	0,005
» 0,10 » 0,20 »	0,007
» 0,20 » 0,50 »	0,01
» 0,50 » 1,0 »	0,02
» 1,0 » 2,0 »	0,05
» 2,0 » 5,0 »	0,15
» 5,0	0,20

Пункт 9.2. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

(Продолжение см. с. 237)

Стандарт дополнить разделом — 10:

«10. Атомно-абсорбционный метод определения окиси железа в магнезиальных и магнезиально-известковых огнеупорных материалах и изделиях (при массовой доле окиси железа свыше 0,01 до 12 %)

10.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции раствора пробы в пламени воздуха-ацетилен при резонансной длине волны 248,3 нм.

10.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для железа.

Тигли платиновые и серебряные по ГОСТ 6563—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 1:1 и 1:4.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76 обезвоживают при температуре (400 ± 20) °С.

Смесь для сплавления: углекислый натрий и тетраборнокислый натрий смешивают в соотношении 2:1

Натрия перекись.

Магния окись по ГОСТ 4526—75.

Растворы окиси магния

Раствор А: в стакан вместимостью 400 см³ взвешивают 5,0 г окиси магния. Осторожно добавляют 100 см³ раствора соляной кислоты 1:1 и нагревают до растворения. Затем приблизительно в 150 см³ воды растворяют 5,0 г углекислого натрия и 9,5 г тетраборнокислого натрия. Раствор осторожно подкисляют 150 см³ соляной кислоты 1:1. Углекислый газ удаляют кипячением. Растворы охлаждают, соединяют и переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Раствор Б: в стакан вместимостью 400 см³ взвешивают 5,0 г окиси магния. Осторожно добавляют 220 см³ раствора соляной кислоты 1:4 и нагревают до растворения. Затем в 100 см³ воды растворяют 20 г перекиси натрия. Растворы соединяют, нагревают 5—10 мин до кипения, затем раствор охлаждают и переливают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в пластмассовом сосуде.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79.

Перекись водорода по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 30 %.

Стандартный раствор окиси железа: 0,6995 г металлического железа растворяют в 100 см³ раствора соляной кислоты 1:1 в стакане вместимостью 400 см³ при нагревании. Добавляют 1—2 см³ раствора перекиси водорода и кипятят 10 мин. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см³ стандартного раствора содержит 1,000 мг окиси железа.

Разбавленный стандартный раствор окиси железа: отбирают пипеткой 50 см³ стандартного раствора окиси железа в мерную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 20 см³ раствора соляной кислоты 1:1, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. 1 см³ разбавленного раствора содержит 0,100 мг окиси железа.

10.3. Подготовка к анализу

10.3.1. Кислотное растворение пробы с последующим сплавлением нерастворившегося остатка в смеси для сплавления.

Навеску пробы массой 1,0 г сырья или 0,5 г обожженного материала помещают в стакан вместимостью 100 см³, добавляют несколько капель воды и затем 20 см³ раствора соляной кислоты 1:1. Накрывают стакан часовым стеклом и растворяют при нагревании. Горячий раствор фильтруют через фильтр средней плотности. Стенки стакана и фильтр обмывают горячей водой, фильтр и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 100 см³.

(Продолжение см. с. 238)

Фильтр с нерастворимым остатком помещают в платиновый тигель и осторожно озоляют. Остаток в тигле сплавляют с 1,0 г смеси для сплавления на пламени горелки.

Охлажденный сплав растворяют в 5 или максимально 10 см³ раствора соляной кислоты 1:1 без нагревания и добавляют в мерную колбу. Содержимое колбы доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

10.3.2. Разложение пробы спеканием с перекисью натрия. Навеску пробы массой 2,5 г сырья или 1,25 г обожженного материала тщательно перемешивают в серебряном или платиновом тигле с 5 г перекиси натрия. Тигель накрывают крышкой, переносят в электрическую печь с автоматической регулировкой температуры и нагревают при температуре (490 ± 10) °С в течение 5—7 мин.

После охлаждения содержимое тигля переносят в стакан вместимостью 600 см³ и приливают 100 см³ воды для выщелачивания спеченной пробы. Остаток пробы на стенках тигля растворяют в 20 см³ раствора соляной кислоты 1:1 и добавляют в стакан с пробой. Тигель с крышкой ополаскивают водой, стакан накрывают часовым стеклом и приливают 35 см³ раствора соляной кислоты 1:1. Содержимое стакана нагревают 5—10 мин до растворения и удаления углекислого газа. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и тщательно перемешивают. Если раствор мутный, то нужно аликвотную часть раствора фильтровать через сухой фильтр в сухой стакан. Первые две порции отбрасывают и остаточную часть фильтрата используют для определения.

Аналогичным образом выполняют подготовку контрольного опыта на применяемые реактивы.

10.4. Проведение анализа

Из раствора пробы, приготовленного по п. 10.3.1 или по п. 10.3.2, отбирают пипеткой 10 см³ в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют 2 см³ раствора соляной кислоты 1:1, доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Раствор распыляют в воздушно-ацетиленовом пламени. Используют резонансную длину волны 248,2 нм.

Записывают значения сигнала из трех измерений. Одновременно с анализом пробы градуируют прибор по стандартным растворам или растворам стандартных образцов, приготовленным по п. 10.3.1 или п. 10.3.2.

Если в пробе требуется также определение содержания окиси кальция анализ возможно выполнять по ГОСТ 2642.7—86.

При определении высоких концентраций окиси железа разложение пробы следует проводить с использованием меньшей навески, или разбавлять основной раствор пробы водой в другом соотношении, или определять окись железа по линиям с меньшей чувствительностью.

10.5. Для градуировки прибора прямо в единицах концентрации или для построения градуировочного графика готовят стандартные растворы в концентрационном диапазоне 1,0—25,0 мг/см³ окиси железа.

Затем в 6 из 7 мерных колб вместимостью по 250 см³ отмеряют из бюретки 2,5; 12,5; 25,0; 37,5; 50,0; 62,5 см³ разбавленного стандартного раствора окиси железа. Во все колбы добавляют по 2 см³ раствора соляной кислоты 1:1,5 см³ раствора окиси магния А или Б в зависимости от способа разложения пробы, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

Измерение значений атомной абсорбции стандартных растворов проводят непосредственно перед измерением атомной абсорбции в растворе пробы и повторяют после окончания измерений в тех же условиях. На основе полученных средних результатов строят градуировочный график.

Рекомендуется для градуировки использовать раствор стандартных образцов, приготовленный по применяемому способу разложения пробы.

В процессе измерения атомной абсорбции неоднократно проверяют правильность результатов измерений по растворам стандартных образцов.

Параллельно с измерением атомной абсорбции растворов проб и стандартных растворов измеряют атомную абсорбцию раствора контрольного опыта.

(Продолжение изменения к ГОСТ 2642.5—86)

Наибольшая концентрация стандартного раствора имеет только информационное значение, так как приборы, имеющие корректор кривизны, позволяют измерять более высокие концентрации

10.6. Обработка результатов

10.6.1 Массовую долю окиси железа (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{C \cdot Z \cdot V \cdot 10^{-4}}{m} ,$$

(Продолжение см с. 240)

(Продолжение изменения к ГОСТ 2642.5—86)

где C - массовая концентрация окиси железа, найденная по градуировочному графику или отсчитанная по прибору с цифровым отсчетом показаний с учетом контрольного опыта, мг/см³;

Z - фактор разбавления основного раствора пробы;

V - общий объем разбавленного раствора, см³;

m - масса навески пробы, г

10.6.2 Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 3»

(ИНС № 1 1990 г.)