

МЕЛ**Метод определения массовой доли оксида
железа (III)**Chalk. Method for determination of iron oxide
mass fraction**ГОСТ****21138.8—78**

ОКСТУ 0709

Срок действия с 01.07.79
до 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на природный мел и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания окиси железа.

Метод основан на образовании в аммиачной среде окрашенного комплексного соединения трисульфосалацилата железа и фотометрировании окрашенного раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 21138.0—85.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения анализа применяют:
фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56, ФЭК-60 (или аналогичных типов) или спектрофотометр любого типа;
баню водяную;
аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 25%-ный раствор;
кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1 : 1;
кислоту серную по ГОСТ 4204—77, 16%-ный раствор и молярности 0,005 М;
кислоту сульфосалициловую по ГОСТ 4478—78, 30%-ный раствор;
аммоний виннокислый по ТУ 6—09—08—2007—89, 25%-ный раствор;

квасцы железоммонийные по ТУ 6—09—5359—87;

стандартные растворы оксида железа (III):

раствор А, приготовленный следующим образом: 6,0397 г железоммонийных квасцов помещают в стакан вместимостью 350—500 см³ и растворяют в 100 см³ воды, подкисленной 25 см³ 16%-ного раствора серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,001 г оксида железа (III). Титр раствора проверяют весовым методом. Для этого из бюретки отмеривают в три стакана вместимостью 300—400 см³ по 5, 15, 25 см³ стандартного раствора А, доливают водой до объема 100—150 см³, нагревают до кипения и осаждают гидроксид железа (III) аммиаком обычным способом. Полученные весовым методом массы оксида железа (III) в граммах делят на количество см³ стандартного раствора, взятого в каждом отдельном случае, и вычисляют среднюю массу оксида железа (III) в граммах в 1 см³ стандартного раствора;

раствор Б готовят следующим образом: пипеткой отбирают 2 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем раствора до метки раствором серной кислоты молярности 0,005 М и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00002 г оксида железа (III).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Построение градуировочного графика

3.1.1. В мерные колбы вместимостью по 100 см³ отбирают микробюреткой 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 и 25,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,00002; 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004 и 0,0005 г оксида железа. В каждую колбу приливают по 2 см³ раствора виннокислого аммония, по 15—20 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, раствор аммиака до перехода окраски раствора в желтую и в избыток 5 см³. Растворы в колбах доливают водой до метки и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.1.2. Оптическую плотность растворов измеряют на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр со светопропусканием 450—480 нм (синий светофильтр), в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 20 мм.

В качестве раствора сравнения применяют воду со всеми реактивами, применяемыми в ходе анализа.

Для построения градуировочного графика берут среднее арифметическое результатов трех измерений оптической плотности каждого стандартного раствора.

По полученным средним значениям оптической плотности растворов и известным значениям содержания окиси железа строят градуировочный график.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. От раствора, полученного по ГОСТ 21138.5—78, отбирают пипеткой аликвотную часть раствора объемом 25 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 25 см³ раствора виннокислого аммония, 15—20 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, раствор аммиака до появления устойчивой желтой окраски и еще 5 см³ в избыток. Раствор доливают водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность измеряют, как указано в п. 3.1.2.

По величине оптической плотности анализируемого раствора устанавливают содержание оксида железа по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

V — объем исходного раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески пробы, г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. При вычислении результатов анализа окончательный результат округляют до 0,01%.

5.3. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать 0,02%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством промышленности строительных материалов СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Н. А. Могиленко (руководитель темы), **Х. Х. Ууэмый, Ю. Я. Швиде**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26 апреля 1978 г. № 1112

3. ВЗАМЕН ГОСТ 13146—67, кроме разд. 3, п. 3.1

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 3760—79	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 4205—77	2.1
ГОСТ 4478—78	2.1
ГОСТ 21138.0—85	1.1
ГОСТ 21138.5—78	4.1
ТУ 6—09—08—2007—89	2.1

5. Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.06.88 № 2554

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1990 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1988 г. (ИУС 11—88)