

**МАТЕРИАЛЫ НЕМЕТАЛЛУРОДНЫЕ****Методы определения массовой доли оксида  
железа (III)****ГОСТ  
26318.3—84****Non-metallic ore materials.  
Methods for determination of iron oxide mass fraction**

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.01.86  
до 01.01.96

Настоящий стандарт распространяется на полевошпатовые и кварцполевошпатовые материалы, слюду, диопсид и устанавливает фотометрический и комплексонометрический методы определения массовой доли общего железа в пересчете на оксид железа (III).

При возникновении разногласий в оценке качества по величине массовой доли оксида железа (III), определение проводят фотометрическим методом.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам определения массовой доли оксида железа (III) — по ГОСТ 26318.0—84.

**2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**

Метод основан на образовании устойчивого в течение нескольких часов оранжево-красного комплексного соединения двухвалентного железа с ортофенантролином или его аналогами ( $\alpha$ - $\alpha'$ -дипиридиллом или ортофенантролином солянокислым).

2.1. Аппаратура, реактивы, растворы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

фотоэлектроколориметр или атомно-абсорбционный спектрофотометр;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1:1 и 1:3;

кислоту уксусную по ГОСТ 61—75;

---

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

кислоту винную по ГОСТ 5817—77;

кислоту аскорбиновую;

гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79;

железа (III) оксид, высушенный при температуре 105—110 °С до постоянной массы;

натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор концентрации 70—100 г/дм<sup>3</sup>;

ортофенантролин (или  $\alpha$ - $\alpha'$ -дипиридил или ортофенантролин солянокислый);

буферный раствор рН 3,6 (33 г уксуснокислого натрия растворяют в воде, приливают 58 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты и доводят водой до 1 дм<sup>3</sup>).

## 2.2. Подготовка к анализу

### 2.2.1. Приготовление составного реагента

В мерный стакан вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают 400 см<sup>3</sup> буферного раствора, 20 г гидроксиламина солянокислого (или 5 г аскорбиновой кислоты), 30 г винной кислоты и 1 г ортофенантролина (или  $\alpha$ - $\alpha'$ -дипиридила, или ортофенантролина солянокислого), доливают до метки водой и перемешивают. Раствор фильтруют в склянку с притертой пробкой.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

### 2.2.2. Приготовление стандартного раствора окиси железа

0,1 г оксида железа(III) помещают в стакан вместимостью 150 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане до полного растворения. Раствор охлаждают, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

В 1 см<sup>3</sup> полученного раствора содержится 0,1 мг оксида железа (III).

### 2.2.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают: 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора оксида железа (III), что соответствует 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 и 0,30 мг оксида железа (III).

В колбы приливают по 20 см<sup>3</sup> раствора холостого опыта 1 или 2 по ГОСТ 26318.1—84, по 5 см<sup>3</sup> составного реагента, доводят до метки раствором уксуснокислого натрия и перемешивают. Через 10 мин растворы фотометрируют, применяя кюветы с толщиной слоя 10 мм и синий светофильтр (400—500 нм) при использовании ортофенантролина или ортофенантролина солянокислого и зеленый светофильтр (500—520 нм) при использовании  $\alpha$ - $\alpha'$ -дипиридила. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий оксида железа (III).

По данным оптических плотностей растворов и соответствующим им концентрациям оксида железа (III) строят градуировочный график.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. От анализируемого раствора 1 или 2 по ГОСТ 26318.1—84 в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают аликвотную часть в зависимости от ожидаемого содержания оксида железа (III) в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля оксида железа (III), определяемая из анализируемых растворов 1 и 2, %	Объем аликвотной части, см <sup>3</sup>			
	анализируемый раствор 1	раствор холостого опыта 1	анализируемый раствор 2	раствор холостого опыта 2
От 0,1 до 0,30	—	—	20	—
Св. 0,30 » 0,75	—	—	10	10
» 0,75 » 1,5	—	—	5	15
» 1,0 » 6,0	20	—	—	—
» 2,0 » 15,0	10	10	—	—

В другую мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают такую же аликвотную часть раствора холостого опыта 1 или 2.

Затем в колбы вводят все реактивы, как при построении градуировочного графика, доводят до метки раствором уксуснокислого натрия и тщательно перемешивают. Оптическую плотность полученного анализируемого раствора измеряют относительно раствора холостого опыта.

По измеренной оптической плотности по градуировочному графику находят содержание оксида железа (III), мг.

### 2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m \cdot 1000},$$

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

$V$  — общий объем раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем аликвотной части раствора, взятый для проведения анализа, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г.

2.4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать величины, приведенной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля оксида железа (III), %	Допускаемое расхождение, %	Массовая доля оксида железа (III), %	Допускаемое расхождение, %
0,1	0,036	2,0	0,15
0,2	0,050	5,0	0,25
0,5	0,080	10	0,33
1,0	0,11	20	0,47

(Измененная редакция, Изм. № 2).

### 3. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании комплексного соединения трехвалентного железа с сульфосалициловой кислотой и разрушении его трилоном Б. Метод применяют при массовой доле оксида железа (III) не менее 1,5 %.

#### 3.1. Реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, 1 М раствор (80 см<sup>3</sup> соляной кислоты в 1 дм<sup>3</sup> водного раствора);

кислоту сульфосалициловую по ГОСТ 4478—78, раствор концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1;

трилон Б по ГОСТ 10652—73, 0,025 м раствор, приготовленный из стандарт-титра, содержащего 0,1 г/экв (0,1 моль) вещества, который растворяют в колбе вместимостью 2 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

#### 3.2. Проведение анализа

3.2.1. От основного раствора 2 отбирают аликвотную часть 50 см<sup>3</sup> в коническую колбу вместимостью 300 см<sup>3</sup>. Приливают 0,3—0,5 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты и по каплям разбавленный аммиак до начала изменения окраски раствора из фиолетовой в оранжевую и сразу же 5 см<sup>3</sup> 1 М раствора соляной кислоты.

Раствор нагревают до 60—70 °С и титруют раствором трилона Б до исчезновения фиолетового окрашивания.

#### 3.3. Обработка результатов

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

$$X = \frac{0,001996 \cdot V_1 \cdot V \cdot 100}{V_2 \cdot m}$$

где V<sub>1</sub> — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V$  — общий объем раствора анализируемой пробы, см<sup>3</sup>;  
0,001996 — титр 0,025 М раствора трилона Б по оксиду железа (III), г/см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем аликвотной части раствора, взятый для анализа, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г.

3.3.2. Допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значения, приведенного в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством промышленности строительных материалов СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

Н. М. Золотухина, В. М. Горохова, Е. А. Пыркин, О. Н. Феодосьева, Э. И. Лопатина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 31.10.84 № 3810

3. ВЗАМЕН ГОСТ 20543.3—75 и ГОСТ 14328.2—77

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.1.1
ГОСТ 199—78	2.1.1
ГОСТ 3118—77	2.1.1;
	3.1.1
ГОСТ 3760—79	3.1.1
ГОСТ 4478—78	3.1.1
ГОСТ 5456—79	2.1.1
ГОСТ 5817—77	2.1.1
ГОСТ 10652—73	3.1.1
ГОСТ 26318.0—84	1.1

5. Срок действия продлен до 01.01.96 Постановлением Госстандарта СССР от 24.12.90 № 3242

8. Переиздание (май 1991 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1986 г., октябре 1990 г. (ИУС 1—87, 4—91)