

ПЕСКИ ФОРМОВОЧНЫЕ, СМЕСИ ФОРМОВОЧНЫЕ
И СТЕРЖНЕВЫЕ

Метод определения окиси железа

ГОСТ

Moulding sands, moulding and core sand mixtures.
Method for determination of
ferric oxide content

23409.2-78*

ОКСТУ 4191

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 декабря
1978 г. № 3489 срок введения установлен

с 01.01.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 22.11.84 № 3953
срок действия продлен

до 01.01.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на формовочные пески, формовочные и стержневые смеси и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания окиси железа при массовой доле окиси железа менее 1—2%.

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

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу испытания — по ГОСТ 23409.0-78.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения испытания применяют:

фотоэлектроколориметр;

чашки платиновые по ГОСТ 6563-75;

тигли платиновые по ГОСТ 6563-75 № 100-7 и 100-10;

кислоту плавиковую по ГОСТ 10484-78;

кислоту серную по ГОСТ 4204-77, разбавленную 1:1;

кислоту соляную по ГОСТ 3118-77, разбавленную 1:1 и 1:5;

кислоту сульфосалициловую по ГОСТ 4478-78, 25%-ный раствор;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (декабрь 1985 г.) с Изменением № 1, утвержденным
в ноябре 1984 г. (ИУС 2-85).

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

железа окись по ГОСТ 4173—77, х. ч.;

стандартные растворы окиси железа:

стандартный раствор А, приготовленный следующим образом: 0,1 г высушенной при 105—110°C окиси железа помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 50 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоты и, покрыв колбу стеклянным шариком, нагревают на водяной бане до полного растворения, затем охлаждают, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают. 1 см³ стандартного раствора содержит 0,0001 г окиси железа;

стандартный раствор Б, приготовленный следующим образом: отмеривают пипеткой 20 см³ стандартного раствора А в колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 1 см³ разбавленной 1:9 серной кислоты и доливают водой до метки. 1 см³ стандартного раствора Б содержит 0,00002 г окиси железа.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Навеску материала массой 0,5 г помещают в платиновую чашку, помещают в муфельную печь и обжигают в течение 5—10 мин при 800—900°C, затем охлаждают, смачивают водой, приливают 15—20 см³ плавиковой кислоты и 5 см³ разбавленной 1:1 серной кислоты, выпаривают до выделения паров серной кислоты. Если материал полностью не разложился, после охлаждения приливают 10—15 см³ плавиковой кислоты и повторно выпаривают до выделения паров серной кислоты.

Охлаждают, обмывают стенки чашки водой и выпаривают до суха. К сухому остатку приливают 10—15 см³ разбавленной 1:1 соляной кислоты, 5—10 см³ воды, нагревают до полного растворения солей и фильтруют в мерную колбу 250 см³ через фильтр «белая лента». Осадок на фильтре промывают горячей водой 5—7 раз, фильтр с осадком подсушивают и сжигают в платиновом тигле. Остаток сплавляют с 1—2 г карбоната натрия или пиросульфата калия. Плав охлаждают, растворяют в разбавленной 1:5 соляной кислоте и присоединяют к фильтрату.

При сплавлении с карбонатом натрия после растворения плава в соляной кислоте раствор кипятят для удаления углекислоты.

3.2. От фильтрата отбирают аликвотную часть объемом 5—25 см³ в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 15 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и разбавленного аммиака до неизменяющейся желтой окраски раствора. Раствор охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотозлектроколориметре с синим светофильтром в кювете с толщиной колориметрируемого слоя 30—50 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

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

3.3. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 см³ отмеривают 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 и 25,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004 и 0,0005 г окиси железа.

К растворам приливают по 15 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и разбавленного аммиака до неизменяющейся желтой окраски, растворы охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность, как указано в п. 3.1.

По найденным значениям оптической плотности и известным содержаниям окиси железа строят градуировочный график.

3.4. Испытание проводят параллельно на двух навесках.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси железа (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{V m},$$

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

250 — объем исходного раствора, см³;

V — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески материала, г.

4.2. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать: 0,05% — при массовой доле окиси железа до 1,0%; 0,10% — при массовой доле окиси железа свыше 1,0%.

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенную величину, определение повторяют.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух последних параллельных определений.