

ПЕСКИ ФОРМОВОЧНЫЕ, СМЕСИ ФОРМОВОЧНЫЕ
И СТЕРЖНЕВЫЕ

Метод определения окиси железа

Moulding sands, moulding and core sand mixtures.

Method for determination of
ferric oxide content

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

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:
фотоэлектролориметр;
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—100 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 фотоэлектроколориметре 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

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

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 выше 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.