МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Методы определения оксида железа (III)

Издание официальное

БЗ 5—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 72; Институтом электросварки им. Е.О. Патона НАН Украины

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 21 апреля 1999 г. № 134 межгосударственный стандарт ГОСТ 22974.6—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 22974.6—85

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Фотометрический метод определения оксида железа (III) 1
5 Титриметрический комплексонометрический метод определения оксида железа (III) для флюсов, не содержащих оксида циркония 2
6 Атомно-абсорбционный метод определения оксида железа (III) 3

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Методы определения оксида железа (III)

Melted welding fluxes.
Methods of iron oxide (III) determination

Дата введения 2000—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения оксида железа (III) при содержании от 0,1 до 10 %, титриметрический комплексонометрический метод определения оксида железа (III) при содержании от 0,5 до 20 % и атомно-абсорбционный метод определения оксида железа (III) при содержании от 0,1 до 10 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4478—78 Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия
ГОСТ 5456—79 Гидроксиламин гидрохлорид. Технические условия
ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия
ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)
ГОСТ 22974.0—96 Флюсы сварочные плавленые. Общие требования к методам анализа
ГОСТ 22974.1—96 Флюсы сварочные плавленые. Методы разложения флюсов

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22974.0.

4 Фотометрический метод определения оксида железа (III)

4.1 **Сущность метода**

Ионы железа (III) образуют с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде с pH 8—12 комплексное соединение, окрашенное в желтый цвет. В присутствии большого избытка сульфосалициловой кислоты ионы титана дают бесцветные комплексы. Влияние соединений марганца устраняется добавлением в раствор солянокислого гидроксиламина. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром при длине волны 430 нм.

4.2 **Аппаратура, реактивы и растворы**

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.
Кислота азотная по ГОСТ 4461.
Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.
Аммиак водный по ГОСТ 3760.
Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478, раствор массовой концентрации 0,2 г/см^3.

Издание официальное

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор массовой концентрации 0,1 г/см³.

Бумага конго.

Железо карбонильное.

Стандартные растворы оксида железа (III).

Раствор А: 0,6995 г карбонильного железа растворяют при нагревании в 30 см³ соляной кислоты (1:1). После полного растворения навески раствор окисляют несколькими каплями азотной кислоты, кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой и перемешивают.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор имеет массовую концентрацию 0,0001 г/см³ оксида железа (III).

4.3 **Проведение анализа**

4.3.1 После разложения флюса по ГОСТ 22974.1 аликвотную часть раствора 10—50 см³ в зависимости от массовой доли оксида железа (III) во флюсе помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 10 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, 10 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, нейтрализуют аммиаком по бумаге конго, добавляют избыток аммиака 10 см³, доводят водой до метки и перемешивают. Через 5—10 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 430 нм или на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром в кювете толщиной поглощающего слоя 30 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Массу оксида железа (III) находят по градуировочному графику.

4.3.2 Построение градуировочного графика

В десять мерных колб вместимостью 100 см³ вносят 1; 2; 4; 6; 8; 10; 12; 14; 16 и 18 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008; 0,0010; 0,0012; 0,0014; 0,0016; 0,0018 г оксида железа (III). В одиннадцатую колбу, используемую для приготовления раствора сравнения, вносят 10 см³ воды. Приливают 10 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и далее ведут анализ по 4.3.1.

4.4 **Обработка результатов**

Массовую долю оксида железа (III) X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m — масса оксида железа (III), найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески флюса, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.5 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида железа (III) приведены в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля оксида железа (III)	Δ	Допускаемое расхождение			δ
		$d_к$	d_2	d_3	
От 0,1 до 0,2 включ.	0,02	0,03	0,02	0,03	0,01
Св. 0,2 » 0,5 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,02
» 0,5 » 1,0 »	0,05	0,06	0,05	0,06	0,03
» 1,0 » 2,0 »	0,07	0,09	0,08	0,09	0,05
» 2,0 » 5,0 »	0,11	0,14	0,12	0,14	0,07
» 5,0 » 10,0 »	0,16	0,20	0,17	0,20	0,11
» 10,0 » 20,0 »	0,22	0,28	0,23	0,28	0,14

5 Титриметрический комплексонометрический метод определения оксида железа (III) для флюсов, не содержащих оксида циркония

5.1 **Сущность метода**

Метод основан на титровании ионов трехвалентного железа раствором трилона Б при pH 1—2. В качестве индикатора применяют сульфосалициловую кислоту.

5.2 **Растворы и реактивы**

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор массовой концентрации 0,5 г/см³.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478, раствор массовой концентрации 0,2 г/см³.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,025 моль/дм³: 4,65 г трилона Б растворяют в 300 см³ воды. Раствор отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Индикаторная универсальная бумага.

Стандартный раствор оксида железа готовят по 4.2.

5.3 **Проведение анализа**

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1 аликвотную часть раствора 25—50 см³ помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливанием раствора уксуснокислого натрия устанавливают по универсальной индикаторной бумаге pH 1—2, приливают 10—15 капель сульфосалициловой кислоты, нагревают до 60—70 °С и медленно титруют раствором трилона Б до перехода окраски из красно-малиновой в лимонно-желтую.

5.4 **Обработка результатов**

Массовую долю оксида железа (III) X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V C}{m} \cdot 100, \qquad (2)$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, см³;

C — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см³ оксида железа;

m — масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г.

Массовую концентрацию трилона Б устанавливают по стандартному раствору А оксида железа (III), как указано в 5.3.

5.5 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида железа приведены в таблице 1.

6 Атомно-абсорбционный метод определения оксида железа (III)

6.1 **Сущность метода**

Метод основан на измерении степени поглощения резонансного излучения свободными атомами железа, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух.

6.2 **Аппаратура, реактивы и растворы**

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с пламенным атомизатором.

Лампа с полым катодом для определения железа.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Стандартный раствор оксида железа (III) готовится, как указано в 4.2.

6.3 **Подготовка к анализу**

Перед работой настраивают спектрофотометр на резонансную линию 248,3 нм.

6.4 **Проведение анализа**

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1 аликвотную часть раствора 5—25 см³ (в зависимости от массовой доли оксида железа (III) переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 5 см³ соляной кислоты (1:1), доливают водой до метки и перемешивают.

Распыляют в пламя раствор контрольного опыта, а затем анализируемый раствор.

Перед введением в пламя каждого раствора распыляют воду для промывания системы и проверки нулевой точки.

6.5 **Построение градуировочного графика**

В десять мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 и 9,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,00010; 0,00020; 0,00030; 0,00040; 0,00050; 0,00060; 0,00070; 0,00080 и 0,00090 г оксида железа (III), добавляют 5 см³ соляной кислоты (1:1), доливают водой до метки и перемешивают.

Растворы распыляют в порядке увеличения концентрации (абсорбции). Перед распылением каждого раствора распыляют воду.

6.6 **Обработка результатов**

6.6.1 Из среднего значения абсорбции каждого из анализируемых растворов вычитают среднее значение абсорбции контрольного опыта.

Массу (г) оксида железа (III) в испытываемом растворе находят по градуировочному графику.

6.6.2 Массовую долю оксида железа (III) X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \qquad (3)$$

где m — масса оксида железа (III), найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески флюса, соответствующая аликвотной части раствора, г.

6.7 Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли оксида железа приведены в таблице 1.

УДК 621.791.048:006.354 МКС 77.040 В09 ОКСТУ 0809

Ключевые слова: оксид железа, массовая частица оксида железа, фотометрический метод, титриметрический комплексонометрический метод, атомно-абсорбционный метод, нормы точности

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *Н.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 06.07.99. Подписано в печать 10.9.99. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 230 экз. С/Д 3730. Зак. 806.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru