ГОСТ 25284.6—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

БЗ 7—97

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Донецким государственным институтом цветных металлов (ДонИЦМ); Межгосударственным техническим комитетом МТК 107

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 МГС от 26 апреля 1995 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 2 июня 1997 г. № 204 межгосударственный стандарт ГОСТ 25284.6—95 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1998 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 25284.6—82

© ИПК Издательство стандартов, 1997

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

Методы определения железа

Zinc alloys.
Methods for determination of iron

Дата введения 1998—01—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на цинковые сплавы и устанавливает атомно-абсорбционный и фотометрические методы определения железа при его массовой доле от 0,01 до 0,4 % в пробах этих сплавов.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4478—78 Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия

ГОСТ 6344—73 Тиомочевина. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 25284.0—95 Сплавы цинковые. Общие требования к методам анализа

3 ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — согласно ГОСТ 25284.0.

Издание официальное

4 АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

4.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и измерении атомной абсорбции железа в пламени ацетилен-воздух при длине волны 248,3 нм.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для железа.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1 и раствор 2 моль/дм^3.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Железо металлическое восстановленное или оксид железа (III) по нормативной документации.

Стандартные растворы железа

Раствор А: 0,5 г железа металлического или 0,7149 г оксида железа (III), предварительно прокаленного при температуре 500 °С в течение 30 мин и охлажденного в эксикаторе, растворяют в 50 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1), добавляют несколько капель пероксида водорода. Раствор кипятят для разрушения избытка пероксида водорода, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,001 г железа.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 раствора (2 моль/дм^3) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г железа.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см^3, добавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1). После прекращения реакции растворения добавляют 1 см^3 пероксида водорода и кипятят 5 мин.

4.3.2 Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.3 При массовой доле железа свыше 0,1 % в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 25 см^3 раствора, полученного по 4.3.2, добавляют 10 см^3 раствора (2 моль/дм^3) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.4 Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая помещают 1,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора Б. В каждую колбу добавляют

по 10 см³ раствора (2 моль/дм³) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор, в который не введено железо, служит раствором контрольного опыта.

4.3.5 Раствор пробы, полученный в соответствии с 4.3.2 или 4.3.3, растворы для построения градуировочного графика и контрольного опыта распыляют в пламя ацетилен-воздух и измеряют атомную абсорбцию железа при длине волны 248,3 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции железа и соответствующим им массовым концентрациям железа строят градуировочный график в координатах: значение атомной абсорбции — массовая концентрация, железа, г/см³.

Массовую концентрацию железа в растворах пробы и контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю железа X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V}{m} \cdot 100 , \qquad (1)$$

где c_1 — массовая концентрация железа в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

c_2 — массовая концентрация железа в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы или масса навески в аликвотной части пробы, г.

4.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Впроцентах

Массовая доля железа	Абсолютное допускаемое расхождение	
	результатов параллельных определений железа	результатов анализа железа
От 0,01 до 0,03 включ.	0,0025	0,005
Св. 0,03 » 0,1 »	0,006	0,012
» 0,1 » 0,2 »	0,013	0,026
» 0,2 » 0,4 »	0,025	0,05

5 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ

5.1 Сущность метода

Метод основан на отделении железа от меди после растворения пробы в соляной кислоте, образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения железа с сульфосалициловой кислотой в аммиачном растворе и измерении оптической плотности раствора указанного соединения при длине волны 425 нм.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1, и раствор 2 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор 25 г/дм^3: 25 г сульфосалициловой кислоты растворяют в 1 дм^3 воды и фильтруют. При отсутствии сульфосалициловой кислоты смешивают 135 г сульфосалицилата натрия с 1 дм^3 воды, добавляют 25 см^3 концентрированной серной кислоты, нагревают и перемешивают до полного растворения.

Натрия сульфосалицилат по нормативной документации.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Железо металлическое восстановленное или оксид железа (III) по нормативной документации.

Стандартные растворы железа

Раствор А: готовят в соответствии с 4.2.

1 см^3 раствора А содержит 0,001 г железа.

Раствор Б: готовят в соответствии с 4.2.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г железа.

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см^3 и растворяют в 10 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 1). Осадок меди отфильтровывают через фильтр средней плотности («белая лента»), промывают осадок несколько раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в коническую колбу вместимостью 300 см^3. К фильтрату добавляют несколько капель пероксида водорода и кипятят 10 мин для разрушения избытка окислителя. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3.

5.3.2 При массовой доле железа свыше 0,08 % раствор, полученный в соответствии с 5.3.1, доводят водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 20 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³.

5.3.3 Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью по 100 см³ каждая вводят 1,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 9,0 см³ стандартного раствора Б.

5.3.4 К растворам, полученным в соответствии с 5.3.1 или 5.3.2 и 5.3.3, добавляют, перемешивая, 15 см³ сульфосалициловой кислоты, аммиак до получения желтой окраски и затем еще 20 см³ аммиака. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность при длине волны 425 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта (раствор, соответствующий 5.3.3, в который не добавлено железо).

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массам железа строят градуировочный график в координатах: значение оптической плотности — масса железа, г.

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю железа X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \qquad (2)$$

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

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

5.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 1.

6 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С 1,10-ФЕНАНТРОЛИНОМ

6.1 Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности раствора комплексного соединения железа (II) с 1,10-фенантролином, образующегося при pH 1,6—1,8. Влияние меди устраняют тиомочевиной.

6.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы 1 моль/дм³ и 0,2 моль/дм³.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, раствор 100 г/дм³.

1,10-фенантролин солянокислый, раствор 30 г/дм³.

Железо металлическое восстановленное или оксид железа (III) по нормативной документации.

Стандартные растворы железа

Раствор А: готовят в соответствии с 4.2.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г железа.

Раствор Б: 1 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г железа.

6.3 Проведение анализа

6.3.1 Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 15 см³ соляной кислоты и 2 см³ азотной кислоты. Раствор выпаривают досуха, остаток растворяют при нагревании в 20 см³ раствора соляной кислоты (1 моль/дм³). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

6.3.2 При массовой доле железа до 0,05 % аликвотную часть раствора 5 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 20 см³ воды, 10 см³ раствора тиомочевины и 10 см³ раствора 1,10-фенантролина. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Раствор, в который добавлены все реактивы, служит раствором сравнения.

6.3.3 При массовой доле железа от 0,05 до 0,25 % 20 см³ раствора, полученного по 6.3.1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 16 см³ раствора соляной кислоты (1 моль/дм³), доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 5 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и далее поступают, как в 6.3.2.

6.3.4 При массовой доле железа от 0,25 до 0,40 % 10 см³ раствора, полученного по 6.3.1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 18 см³ раствора соляной кислоты (1 моль/дм³), доливают до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть раствора 5 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и далее поступают, как в 6.3.2.

6.3.5 Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 50 см³ каждая помещают 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора Б, добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты (2 моль/дм³), воду до объема 25 см³, 10 см³ раствора тиомочевины, 10 см³ раствора 1,10-фенантролина, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор, не содержащий железа, служит раствором сравнения.

6.3.6 Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора пробы и растворов для построения градуировочного графика при длине волны 490 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 5 см.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массам железа строят градуировочный график в координатах: значение оптической плотности — масса железа, г. Содержание железа в пробе находят по градуировочному графику.

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю железа, X, %, находят по формуле

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

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

m — масса навески в аликвотной части раствора, г.

6.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 1.

УДК 669.55:543.06:006.354 МКС 71.040.40 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: цинковые сплавы, железо, атомно-абсорбционный метод, длина волны, фотометрический метод, сульфосалициловая кислота, 1,10-фенантролин

Редактор *Л.И.Нахимова*
Технический редактор *В.Н.Прусакова*
Корректор *М.С.Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н Золотаревой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 15.09.97. Подписано в печать 12 11.97.
Усл.печ.л. 0,70. Уч.-изд.л. 0,55. Тираж 309 экз. С 984. Зак. 717

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