УДК 621.791.048:006.354 Группа В09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕНЫЕ

Методы определения оксида железа (III)

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

ГОСТ 22974.6—85

Взамен ГОСТ 22974.4—78

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 декабря 1985 г. № 4474 срок действия установлен

с 01.01.87
до 01.01.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения оксида железа (III) (при массовой доле оксида железа (III) от 0,10 до 10,0 %), титриметрический комплексонометрический метод определения оксида железа (III) (при массовой доле оксида железа от 0,50 до 20,0 %) и атомно-абсорбционный метод определения оксида железа (III) (при массовой доле от 0,10 до 10,0 %).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22974.0—85.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА (III)

2.1. Сущность метода

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

gost.e-ecolog.ru

электроколориметре с синим светофильтром или спектрофотометре при длине волны 430 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478—78, раствор с массовой концентрацией 0,2 г/см^3.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой концентрацией 0,1 г/см^3.

Бумага конго.

Железо карбонильное.

Стандартные растворы оксида железа (III).

Раствор А: 0,6995 г карбонильного железа растворяют при нагревании в 30 см^3 соляной кислоты (1:1). После полного растворения навески раствор окисляют несколькими каплями азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор А с массовой концентрацией 0,001 г/см^3 оксида железа (III).

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор Б с массовой концентрацией 0,0001 г/см^3 оксида железа (III).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. После разложения флюса по ГОСТ 22974.1—85 аликвотную часть раствора 10—50 см^3 (в зависимости от массовой доли оксида железа (III) во флюсе) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 10 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина, 10 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты, нейтрализуют аммиаком по бумаге конго и в избыток аммиака 10 см^3, 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 с толщиной слоя 30 мм.

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

Массу оксида железа (III) находят по градуировочному графику.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В десять мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая помещают 1; 2; 4; 6; 8; 10; 12; 14; 16 и 18 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008; 0,0010; 0,0012; 0,0014; 0,0016 и 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 п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

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

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

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

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

2.4.2. Абсолютные допускемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля оксида железа (III), %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,10 до 0,20 включ.	0,03
Св. 0,20 » 0,40 »	0,04
» 0,40 » 0,80 »	0,06
» 0,80 » 2,00 »	0,08
» 2,00 » 5,00 »	0,15
» 5,00 » 10,00 »	0,20
» 10,0 » 20,0 »	0,3

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА (III) (ДЛЯ ФЛЮСОВ, НЕ СОДЕРЖАЩИХ ОКСИДА ЦИРКОНИЯ)

3.1. Сущность метода

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

3.2. Растворы и реактивы

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78, раствор с массовой концентрацией 0,5 г/см³.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478—78, раствор с массовой концентрацией 0,2 г/см³.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 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 п. 2.2.

3.3. Проведение анализа

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1—85 аликвотную часть раствора 25—50 см³ помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, раствором 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.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю оксида железа (III) (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot C \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, г;

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 п. 3.3.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должны превышать значений, приведенных в таблице.

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА (III)

4.1. Сущность метода

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

4.2. 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—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1.

Стандартный раствор оксида железа (III); готовится как указано в п. 2.2.

4.3. Подготовка к анализу

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

4.4. Проведение анализа

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1—85 5—25 см³ раствора (в зависимости от массовой доли оксида железа (III)) переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 5 см³ соляной кислоты (1:1), доливают до метки водой 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.

4.5. 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; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005; 0,0006; 0,0007; 0,0008 и 0,0009 г оксида железа (III), добавляют 5 см³ соляной кислоты (1:1), доливают водой до метки и перемешивают.

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

4.6. Обработка результатов

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

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

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

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

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

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

4.6.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, приведенных в таблице.

gost.e-ecolog.ru