УДК 669.55 : 543.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

Методы определения железа

Zinc alloys. Methods for the determination of iron

ГОСТ 25284.6—82

(СТ СЭВ 2934—81)

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 мая 1982 г. № 2159 срок действия установлен

с 01.01. 1983 г.
до 01.01. 1988 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает атомно-абсорбционный и фотометрический методы определения железа при массовой доле его от 0,01 до 0,4%.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2934—81.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25284.0—82.

2. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте с добавлением раствора перекиси водорода и измерении атомной абсорбции железа в пламени ацетилен—воздух при длине волны 248,3 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для железа.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 1 : 1 и 2 н.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Железо металлическое или окись железа (Fe_2O_3).

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 0,5000 г железа или 0,7149 г окиси железа, предварительно прокаленной при температуре 500°С в течение 30 мин и охлажденной в эксикаторе, растворяют в 20 $см^3$ соляной кислоты с добавлением нескольких капель раствора перекиси водорода. Раствор кипятят для разрушения избытка перекиси водорода, ох-

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

gost.e-ecolog.ru

лаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг железа.

Раствор Б: 20 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,2 мг железа.

Раствор В: 25 см³ раствора Б переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,05 мг железа.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 5,0 г, предварительно очищенную при помощи магнита от механических примесей железа, помещают в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1). После растворения пробы добавляют 5 см³ раствора перекиси водорода и кипятят 5 мин. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают. При массовой доле железа свыше 0,15% отмеряют 25 см³ раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию железа в пламени ацетилен—воздух при длине волны 248,3 нм параллельно с растворами для построения градуировочного графика и раствором контрольного опыта.

2.3.2. Для построения градуировочного графика в десять из одиннадцати мерных колб вместимостью по 100 см³ вводят: 1,0; 2,0; 4,0; 8,0 см³ стандартного раствора В и 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 см³ стандартного раствора Б. В каждую колбу добавляют по 10 см³ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают. Измеряют атомную абсорбцию железа в пламени ацетилен — воздух при длине волны 248,3 нм, непосредственно перед и после измерения атомной абсорбции железа в растворе пробы. По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им содержаниям железа строят градуировочный график.

2.4 Обработка результатов

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

$$X = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V \cdot 100}{m},$$

где C_1 — концентрация железа в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — концентрация железа в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем мерной колбы для приготовления окончательного раствора пробы, $см^3$;

m — масса навески пробы, соответствующая отобранной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,01 до 0,03	0,003
Св. 0,03 „ 0,1	0,007
„ 0,1 „ 0,2	0,015
„ 0,2 „ 0,4	0,030

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и фотометрическом определении железа с сульфосалициловой кислотой при длине волны 425 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и растворы 1 : 1 и 2 н.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, 20%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30%-ный раствор.

Железо металлическое или окись железа (Fe_2O_3).

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 0,5000 г железа или 0,7149 г окиси железа, предварительно прокаленной при температуре 500°С в течение 30 мин и охлажденной в эксикаторе, помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют в 20 $см^3$ соляной кислоты с добавлением нескольких капель раствора перекиси водорода. Раствор кипятят для разрушения избытка перекиси водорода, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А содержит 1 мг железа.

Раствор Б: 10 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ 2 н. раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,1 мг железа.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 5,0 г, предварительно очищенную при помощи магнита от механических примесей железа, помещают

в стакан вместимостью 600 см³ и растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1). Раствор фильтруют через фильтр средней плотности, собирая фильтрат в коническую колбу вместимостью 300 см³ и промывают осадок несколько раз горячей водой. К фильтрату добавляют несколько капель раствора перекиси водорода и кипятят около 10 мин для разрушения избытка окислителя. Раствор охлаждают, переносят в соответствующую мерную колбу (табл. 2), доливают водой до метки и перемешивают. В зависимости от содержания железа отбирают аликвотную часть раствора согласно табл. 2, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 15 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и, перемешивая, добавляют аммиака до получения желтой окраски и 20 см³ в избыток.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Вместимость мерной колбы, см³	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,01 до 0,08	100	20
Св. 0,08 „ 0,20	250	20
„ 0,20 „ 0,4	250	10

Раствор доливают водой до метки и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 425 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ вводят: 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б. Во все колбы добавляют по 15 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и поступают далее как указано в п. 3.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий железа. По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям железа строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

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

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

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Изменение № 1 ГОСТ 25284.6—82 Сплавы цинковые. Методы определения железа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.06.87 № 2795

Дата введения 01.03.88

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

(Продолжение см. с. 166)

(Продолжение изменения к ГОСТ 25284.6—82)

По всему тексту стандарта заменить слова: «2 н. раствора» на «раствора моль/дм^3».

Пункты 2.2, 3.2. Заменить значение: 2 н. на 2 моль/дм^3.

Пункт 3.3.1. Заменить слова: «средней плотности» на «белая лента».

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru