ГОСТ 851.1—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Методы определения железа

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Госстандартом Украины

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 3 от 17 февраля 1993 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 20 февраля 1996 г. № 72 межгосударственный стандарт ГОСТ 851.1—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1997 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 851.1—87

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

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

Группа В59

ГОСТ 851.1—93

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАГНИЙ ПЕРВИЧНЫЙ

Методы определения железа

Primary magnesium. Methods for determination of iron

МКС 77.120.20
ОКСТУ 1709

Дата введения 1997—01—01

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле железа от 0,002 до 0,060 %) и атомно-абсорбционные (при массовой доле железа от 0,0005 до 0,060 %) методы определения железа в первичном магнии.

При возникновении разногласий анализ проводят фотометрическим методом.

1 Общие требования

1.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086.

1.2 Пробу предварительно отмагничивают по ГОСТ 24231.

1.3 Массовую долю железа определяют из двух параллельных навесок.

1.4 При построении градуировочного графика каждую точку строят по среднему арифметическому результату трех определений оптической плотности или атомной абсорбции.

1.5 Допускаемые расхождения между результатами анализа одной и той же пробы, полученные двумя методами, рассчитывают по ГОСТ 25086.

1.6 При оформлении результатов анализа делают ссылку на данный стандарт, указывают метод определения, а также метод контроля точности анализа.

2 Фотометрический метод определения железа

2.1 Сущность метода

Метод основан на образовании в слабокислой среде окрашенного в оранжево-красный цвет комплексного соединения двухвалентного железа с о-фенантролином или 2,2′-дипиридилом и последующем измерении оптической плотности раствора.

2.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический.

Кислота соляная — по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1, и раствор с молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3.

Кислота соляная — по ГОСТ 14261.

Гидроксиламин солянокислый — по ГОСТ 5456, раствор с массовой концентрацией 200 г/дм^3.

о-фенантролин производства Чехословакии, раствор с массовой концентрацией 2,5 г/дм^3.

2,2′-дипиридил по ТУ 6-09-3673, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм^3: 0,5 г 2,2′-дипиридила растворяют в 100 см^3 воды с добавлением 0,5 см^3 раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3.

Натрий уксуснокислый 3-водный — по ГОСТ 199.

Издание официальное

Кислота уксусная — по ГОСТ 61.

Буферный раствор с pH 5: 272 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см³ воды, фильтруют, добавляют 240 см³ уксусной кислоты, доливают водой до 1000 см³ и перемешивают.

Железо металлическое восстановленное — по ТУ 6-09-2227.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Стандартные растворы железа:

Раствор А: 0,100 г железа при нагревании растворяют в 30 см³ соляной кислоты по ГОСТ 14261. Раствор охлаждают до комнатной температуры, наливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают; годен к применению в течение 6 мес.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг железа.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг железа.

2.3 Проведение анализа

2.3.1 Навеску массой 1,0 г помещают в стакан вместимостью 100—150 см³, добавляют 10 см³ воды, а также небольшими порциями 20 см³ раствора соляной кислоты (1:1), растворяют вначале при комнатной температуре, а затем при нагревании на электроплитке.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 50 см³ (при массовой доле железа до 0,03 %) или 25 см³ (при массовой доле железа свыше 0,03 %) наливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2 см³ раствора гидроксиламина солянокислого, 15 см³ буферного раствора, 5 см³ раствора о-фенантролина или 5 см³ раствора 2,2′-дипиридила, доливают водой до метки и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 510 нм на спектрофотометре или от 490 до 540 нм на фотоэлектрическом колориметре. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

2.3.2 Для приготовления раствора контрольного опыта 20 см³ раствора соляной кислоты (1:1) выпаривают в стакане вместимостью 100—150 см³ до объема 3 см³, охлаждают до комнатной температуры, наливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Далее поступают, как указано в 2.3.1.

2.3.3 Построение градуировочных графиков

Для построения градуировочного графика при массовой доле железа от 0,002 до 0,01 % в шесть из семи мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,010; 0,015; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050 мг железа.

Раствор седьмой колбы является раствором контрольного опыта.

Для построения градуировочного графика при массовой доле железа от 0,01 до 0,06 % в шесть из семи мерных колб вместимостью 100 см³ наливают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25; 0,30 мг железа. Раствор седьмой колбы является раствором контрольного опыта.

Растворы во всех колбах разбавляют примерно до 50 см³ водой, добавляют по 2 см³ раствора гидроксиламина солянокислого и далее поступают, как указано в 2.3.1.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

По полученным результатам оптической плотности строят градуировочные графики в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4 Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1}, \qquad (1)$$

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

V — общий объем раствора пробы, см³;

m — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора пробы, см³.

2.4.2 Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d_2 — показатель сходимости) и результатов анализа для одной и той же пробы,

полученных в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0,95$ указаны в таблице 1.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Характеристика погрешности определений, %		
	d_2	D	Δ
От 0,002 до 0,005 включ.	0,0010	0,0015	0,0010
Св. 0,005 » 0,010 »	0,0020	0,0030	0,0025
» 0,010 » 0,040 »	0,0030	0,0045	0,0035
» 0,040 » 0,060 »	0,0040	0,0060	0,0050

2.4.3 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по государственному стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор А.

3 Атомно-абсорбционный метод определения железа при массовой доле от 0,0005 до 0,0025 %

3.1 Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции железа при длине волны 248,3 нм в электротермическом режиме атомизации.

Определение проводят методом стандартных добавок.

3.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, оснащенный графитовым атомизатором, с источником возбуждения спектральной линии железа.

Микрошприц вместимостью 2 мкм^3.

Аргон — по ГОСТ 10157.

Кислота соляная — по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1 и 1:99.

Кислота азотная — по ГОСТ 11125.

Железо металлическое восстановленное — по ТУ 6-09-2227.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Вода бидистиллированная.

Стандартные растворы железа:

Раствор А: готовят по 2.2.

Раствор Б: 5 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают раствором соляной кислоты (1:99) до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см^3 раствора Б содержит 5 мкг железа.

3.3 Проведение анализа

3.3.1 Навески массой по 0,5 г помещают в шесть стаканов вместимостью 300 см^3, добавляют по 10 см^3 воды, по 10 см^3 раствора соляной кислоты (1:1) и ведут растворение, вначале при комнатной температуре, а затем при нагревании на электроплите.

После полного растворения навесок в каждый стакан добавляют по 3—4 капли азотной кислоты и кипятят в течение 1—2 мин. Растворы охлаждают до комнатной температуры и наливают в мерные колбы вместимостью 50 см^3.

В пять из шести мерных колб с растворами пробы добавляют 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации добавленного железа 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 мкг/см^3.

Растворы во всех колбах доливают водой до метки и перемешивают.

Для приготовления раствора контрольного опыта в стакан вместимостью 300 см³ наливают 10 см³ воды, 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1); нагревают до кипения, прибавляют 3—4 капли азотной кислоты и кипятят в течение 1—2 мин. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Последовательно в графитовую кювету микрошприцем вводят растворы: контрольного опыта, пробы, и в порядке возрастания концентрации железа — растворы с добавками стандартного раствора железа. Измерение атомной абсорбции железа проводят в режиме;

тип атомизации — электротермический;
ток лампы, мА — 10;
длина волны, нм — 248,3;
ширина щели прибора, нм — 0,2;
температура сушки I стадии, К — 353-393;
II стадии, К — 393-473;
время сушки I стадии, с — 5;
II стадии, с — 5;
температура озоления I стадии, К — 473-873;
II стадии, К — 873-1473;
время озоления I стадии, с — 5;
II стадии, с — 5;
температура атомизации, К — 2773;
время атомизации, с — 5;
температура очистки, К — 2773;
время очистки, с — 2;
скорость аргона, см³/мин — 200.

На стадии атомизации подачу аргона прекращают.

Из значений атомной абсорбции растворов, содержащих добавки стандартного раствора железа, вычитают значение атомной абсорбции раствора пробы. По полученным значениям разности атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям добавленного железа в мкг/см³ строят градуировочный график, по которому находят массовую концентрацию железа в растворах контрольного опыта и пробы.

3.3.2 В том случае, когда прибор работает в атоматизированном режиме и проводится его градуировка, навески пробы массой по 0,5 г наливают в четыре стакана вместимостью 300 см³, доливают 10 см³ воды, 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и далее проводят растворение, как указано в 3.3.1. Растворы переводят в мерные колбы вместимостью 50 см³.

В три из четырех мерных колб с растворами пробы добавляют 0,5; 1,5; 2,5 см³ стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации добавленного железа 0,05; 0,15; 0,25 мкг/см³.

Растворы во всех колбах доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор контрольного опыта готовят, как указано в 3.3.1.

Микрошприцем вводят в графитовую кювету раствор пробы, затем в порядке возрастания концентрации железа растворы, содержащие добавки стандартного раствора железа, и проводят градуировку прибора.

Измерение атомной абсорбции железа проводят в режиме по 3.3.1.

Затем вводят в графитовую кювету растворы контрольного опыта и пробы, после этого проводят измерение атомной абсорбции в режиме по 3.3.1.

После каждых 4—5 измерений атомной абсорбции проводят очистку графитовой кюветы: микрошприцем вводят в нее воду и проводят процесс атомизации в режиме по 3.3.1.

3.4 Обработка результатов анализа

3.4.1 Массовую долю железа (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C - C_0) \cdot 10^{-6} \cdot V \cdot 100}{m}, \qquad (2)$$

где C — массовая концентрация железа в растворе пробы, мкг/см³;

C_0 — массовая концентрация железа в растворе контрольного опыта, мкг/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески, г.

3.4.2 Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d_2 — показатель сходимости) и результатов анализа для одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в таблице 2.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Характеристика погрешности определений, %		
	d_2	D	Δ
От 0,0005 до 0,0015 включ.	0,0002	0,0003	0,0002
Св. 0,0015 » 0,0025 »	0,0005	0,0008	0,0006

3.4.3 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по государственному стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

4 Атомно-абсорбционный метод определения железа при массовой доле от 0,002 до 0,060 %

4.1 Сущность метода

Метод основан на измерении атомной абсорбции железа в пламени ацетилен—воздух при длине волны 248,3 нм.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником возбуждения спектральной линии железа.

Ацетилен — по ГОСТ 5457.

Кислота азотная — по ГОСТ 11125.

Кислота соляная — по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1 и 1:99.

Железо металлическое восстановленное — по ТУ 6-09-2227.

Государственные стандартные образцы, изготовленные в соответствии с ГОСТ 8.315.

Стандартные растворы железа:

Раствор А: готовят по 2.2.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают раствором соляной кислоты (1:99) до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг железа.

4.3 Проведение анализа.

4.3.1 Навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 200 см³, доливают 10 см³ воды, 10 см³ раствора соляной кислоты (1:1) и далее проводят растворение, как указано в 3.3.1. Раствор наливают в мерную колбу вместимостью 50 см³.

Раствор контрольного опыта готовят, как указано в 3.3.1.

Растворы контрольного опыта и пробы распыляют в пламя ацетилен—воздух и измеряют атомную абсорбцию при длине волны 248,3 нм.

Перед измерением атомной абсорбции растворов пробы и контрольного опыта проводят построение градуировочного графика или градуировку прибора, если прибор работает в автоматизированном режиме.

4.3.2 Построение градуировочных графиков

При массовой доле железа от 0,002 до 0,010 % в пять из шести мерных колб вместимостью 50 см³ помещают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует массовой концентрации железа 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мкг/см³. Раствор шестой колбы является раствором контрольного опыта.

При массовой доле железа от 0,01 до 0,06 % в шесть из семи мерных колб вместимостью 50 см³ помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует массовой концентрации железа 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 мкг/см³. Раствор седьмой колбы является раствором контрольного опыта.

Растворы во всех колбах доливают раствором соляной кислоты (1:99) до метки, перемешивают, распыляют в пламя ацетилен — воздух и измеряют атомную абсорбцию при длине волны 248,3 нм.

По полученным результатам атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям железа в мкг/см³ строят градуировочные графики в соответствии с ГОСТ 25086.

4.3.3 Градуировка спектрофотометра

При массовой доле железа от 0,002 до 0,010 % в три из четырех мерных колб вместимостью 50 см³ помещают 1,0; 3,0; 5,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует массовым концентрациям железа 0,2; 0,6; 1,0 мкг/см³. Раствор четвертой колбы является раствором контрольного опыта.

При массовой доле железа от 0,01 до 0,06 % в три из четырех мерных колб вместимостью 50 см³ наливают 0,5; 1,5; 3,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует массовой концентрации железа 1,0; 3,0; 6,0 мкг/см³. Раствор четвертой колбы является раствором контрольного опыта.

Растворы во всех колбах доливают раствором соляной кислоты (1:99) до метки, перемешивают и распыляют в пламя ацетилен—воздух в последовательности: раствор контрольного опыта и стандартные растворы в порядке возрастания концентрации железа и проводят градуировку прибора.

Измерение атомной абсорбции проводят при длине волны 248,3 нм.

4.4. Обработка результатов анализа

4.4.1 Массовую долю железа (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C - C_0) \cdot 10^{-6} \cdot V \cdot 100}{m}, \qquad (3)$$

где C — массовая концентрация железа в растворе пробы, мкг/см³;

C_0 — массовая концентрация железа в растворе контрольного опыта, мкг/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески, г.

4.4.2 Нормы точности результатов анализа

Значения характеристик погрешности определений: допускаемые расхождения результатов параллельных определений (d_2 — показатель сходимости) и результатов анализа одной и той же пробы, полученных в двух лабораториях или в одной, но в различных условиях (D — показатель воспроизводимости), и границы погрешности определений (Δ — показатель точности) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ указаны в таблице 3.

Таблица 3

Массовая доля железа, %	Характеристика погрешности определений, %		
	d_2	D	Δ
От 0,002 до 0,005 включ.	0,0007	0,0010	0,0008
Св. 0,005 » 0,010 »	0,0015	0,0020	0,0016
» 0,010 » 0,030 »	0,0030	0,0045	0,0035
» 0,030 » 0,060 »	0,0050	0,0070	0,0060

4.4.3 Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по государственному стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками являются стандартные растворы А или Б.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который даны ссылка	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который даны ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	2.2; 3.2; 4.2	ГОСТ 11125—84	3.2; 4.2
ГОСТ 61—75	2.2	ГОСТ 14261—77	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 199—78	2.2	ГОСТ 24231—80	1.2
ГОСТ 3118—77	2.2	ГОСТ 25086—87	1.1; 1.5; 2.3.3; 2.4.3; 3.4.3;
ГОСТ 5456—79	2.2		4.3.2; 4.4.3
ГОСТ 5457—75	4.2	ТУ 6—09—2227—85	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 10157—79	3.2	ТУ 6—09—3673—85	2.2

gost.e-ecolog.ru