УДК 669.26:548.72:006.354 Группа В19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# ГОСТ 13020.8—85

(СТ СЭВ 4507—84)

## ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ

## Методы определения железа

Metallic chrome
Methods for determination of iron

Взамен
ГОСТ 13020.8—75

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г. № 1411 срок действия установлен

с 01.07.86
до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения железа в металлическом хроме (при массовой доле железа от 0,3 до 1,5 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4507—84

### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде стружки толщиной не более 0,5 мм по ГОСТ 23916—79.

### 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на взаимодействии железа с сульфосалициловой кислотой при pH 8—11,5 с образованием комплекса желтого цвета и измерении оптической плотности окрашенного раствора на спектрофотометре при длине волны 420 нм или на фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 400 до 450 нм.

Железо от хрома отделяют аммиаком, предварительно окислив хром надсернокислым аммонием до шестивалентного состояния.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1, 1:100.
Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.
Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:4.
Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.
Бромтимоловый синий, 0,1 %-ный спиртовой раствор.
Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75, 25 %-ный свежеприготовленный раствор.
Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, 20 %-ный раствор.
Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, 0,25 %-ный раствор.
Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769—78, 1 %-ный раствор.
Промывная жидкость: к 1 дм$^3$ раствора сернокислого аммония приливают 2 см$^3$ аммиака.
Алюминий металлический.
Алюминий хлористый, 0,1 %-ный раствор по алюминию: навеску алюминия массой 0,5 г растворяют при нагревании в 100 см$^3$ соляной кислоты (1:1). После растворения навески раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см$^3$, доливают водой до метки и перемешивают.
Железо карбонильное.
Стандартные растворы железа:
раствор А: 0,5000 г карбонильного железа растворяют в 20 см$^3$ соляной кислоты (1:1), окисляют азотной кислотой, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см$^3$, охлаждают, доливают водой до метки и перемешивают.
Массовая концентрация железа в растворе А равна 0,001 г/см$^3$;
раствор Б: 20 см$^3$ стандартного раствора А разбавляют водой в мерной колбе вместимостью 200 см$^3$ и перемешивают.
Массовая концентрация железа в растворе Б равна 0,0001 г/см$^3$.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,25 г помещают в колбу вместимостью 500 см$^3$, приливают 50 см$^3$ разбавленной серной кислоты и растворяют при нагревании. После растворения навески к раствору добавляют 1—2 см$^3$ азотной кислоты, 10 см$^3$ раствора хлористого алюминия при массовой доле железа до 0,5 % и 3—5 см$^3$ — при массовой доле железа свыше 0,5 % и выпаривают до появления паров серной кислоты. Затем содержимое колбы охлаждают, приливают 200 см$^3$ воды и нагревают до растворения сернокислых солей хрома. К горячему раствору осторожно приливают 10 см$^3$ раствора азотнокислого серебра, 50 см$^3$ раствора надсернокислого аммония и кипятят до полного разложения последнего.

После этого раствор охлаждают до 40—50 °С и осаждают железо аммиаком до появления запаха аммиака. Допускается осаждение проводить по бромтимоловому синему индикатору до перехода окраски раствора в сине-зеленый цвет.

Раствор нагревают до коагуляции осадка и через 3—5 мин осадок гидроокисей металлов отфильтровывают на фильтр средней плотности. Осадок промывают 10—12 раз горячей промывной жидкостью до получения бесцветных промывных вод, затем растворяют на фильтре в 20 см³ раствора горячей соляной кислоты (1:1), прибавляя ее в 2—3 приема и собирая раствор в колбу, где проводилось осаждение гидроокиси железа. Фильтр промывают 6—8 раз горячей соляной кислотой (1:100).

Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Аликвотную часть раствора, равную 10 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 40 см³ воды, 20 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, добавляют 10 см³ аммиака и снова перемешивают. После этого раствор доливают водой до метки, перемешивают и через 10 мин измеряют его оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 420 нм или на фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 400 до 450 нм.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

Массу железа находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы или методом сравнения по стандартным образцам металлического хрома, близким по составу к анализируемому металлическому хрому и проведенным через все стадии анализа.

2.3.2. *Построение градуировочного графика*

В семь мерных колб из восьми вместимостью по 100 см³ каждая помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 4,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,00015; 0,0002; 0,00025; 0,0003 и 0,0004 г железа.

Во все колбы приливают 30 см³ воды, 20 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, добавляют 10 см³ аммиака, снова перемешивают, после чего растворы водой доводят до метки, перемешивают и через 10 мин измеряют их оптическую плотность, как указано в п. 2.3.1.

Раствор восьмой мерной колбы, в которую помещены все реактивы, за исключением стандартного раствора, служит раствором сравнения.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующему им содержанию железа строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю железа ($X$) в процентах, определенную по градуировочному графику, вычисляют по формуле

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

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

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

2.4.2. Массовую долю железа ($X_1$) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X=\frac{C(D-D_2)}{D_1-D_2},$$

где $C$ — массовая доля железа в стандартном образце, %;

$D$ — оптическая плотность анализируемого раствора металлического хрома;

$D_1$ — оптическая плотность раствора стандартного образца;

$D_2$ — оптическая плотность раствора контрольного опыта.

2.4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

| Массовая доля железа, % | Абсолютные допускаемые расхождения, % |
|---|---|
| От 0,30 до 0,50 включ. | 0,03 |
| Св. 0,5 » 1,0 » | 0,05 |
| » 1,0 » 1,5 » | 0,06 |

## 3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на распылении раствора в пламя воздух—ацетилен и измерении абсорбции железа при длине волны 248,4 нм.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Баллон с ацетиленом.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:4.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Железо карбонильное.

Хром электролитический.

Стандартный раствор железа: 0,4000 г карбонильного железа растворяют в 20 см³ соляной кислоты, окисляют азотной кислотой, выпаривают до влажных солей. Соли растворяют в 20 см³ соляной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация железа в растворе равна 0,0004 г/см³.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 20 см³ раствора серной кислоты и нагревают до растворения. Затем по каплям приливают азотную кислоту, дают в избыток еще 2 см³ и выпаривают до появления паров серной кислоты. После охлаждения стенки колбы обмывают небольшим количеством воды и вновь выпаривают до появления паров серной кислоты. Приливают 30 см³ воды и, нагревая, растворяют соли, охлаждают, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

3.3.2. Раствор контрольного опыта готовят согласно п. 3.3.1 с добавлением 0,2 г электролитического хрома.

3.3.3. *Построение градуировочного графика*

В семь из восьми колб вместимостью по 100 см³ отбирают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 8,0 см³ стандартного раствора железа, что соответствует 0,0004; 0,0008; 0,0012; 0,0016; 0,0020; 0,0024 и 0,0032 г железа.

В восьмую колбу стандартный раствор железа не отбирают. Во все восемь колб добавляют по 0,2 г электролитического хрома, по 20 см³ раствора серной кислоты и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1.

3.3.4. Атомную абсорбцию железа измеряют параллельно в растворе пробы, контрольного опыта, в растворе для построения градуировочного графика и растворе стандартного образца при длине волны 248,4 нм в пламени воздух—ацетилен.

Градуировочный график строят по результатам, полученным после вычитания значения абсорбции раствора, не содержащего стандартного раствора железа, из значений абсорбций растворов, содержащих стандартный раствор, и соответствующему им содержанию железа.

После вычитания значения абсорбции раствора контрольного опыта из значения атомной абсорбции раствора пробы находят концентрацию железа в растворе пробы по градуировочному графику или методом сравнения по стандартному образцу металлического хрома, близкому по составу к анализируемой пробе и проведенному через весь ход анализа.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю железа ($X$) в процентах, определенную по градуировочному графику, вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot V}{m} \cdot 100,$$

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

$V$ — объем раствора пробы, см$^3$;

$m$ — масса навески, г.

3.4.2. Массовую долю железа ($X_1$) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C(D-D_2)}{D_1-D_2},$$

где $C$ — массовая доля железа в стандартном образце, %;

$D$ — оптическая плотность анализируемого раствора хрома металлического;

$D_1$ — оптическая плотность раствора стандартного образца;

$D_2$ — оптическая плотность раствора контрольного опыта.

3.4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

gost.e-ecolog.ru