УДК 669.45.'75 : 546.72.06 : 006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ СВИНЦОВО-СУРЬМЯНИСТЫЕ

Методы определения железа

Lead-antimony alloys. Methods for the determination of iron

ГОСТ 1293.7—83

(СТ СЭВ 3498—81)

ОКП 17 2532

Взамен ГОСТ 1293.7—74

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 8 февраля 1983 г. № 704 срок действия установлен

с 01.07.83
до 01.07.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения железа при массовой доле железа от 0,0005 до 0,04% в свинцово-сурьмянистых сплавах.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 3498—81 в части фотометрического метода определения содержания железа с *о*-фенантролином.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 1293.0—83.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С *о*-ФЕНАНТРОЛИНОМ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании при pH 4 окрашенного в красный цвет комплексного соединения двухвалентного железа с *о*-фенантролином и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 510 нм.

Мешающие элементы отделяют цементацией с помощью свинца.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 1 и 1 : 3.

Кислота хлорная.

Свинец по ГОСТ 22861—77 в пластинках, содержащий не более 0,0002% железа.

Натрий уксуснокислый кристаллический по ГОСТ 199—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, ледяная.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, 1%-ный свежеприготовленный раствор.

о-фенантролин, 1%-ный свежеприготовленный раствор.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Приготовление стандартных растворов железа*

Раствор А: 0,702 г соли Мора растворяют в 100 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,2 мг железа.

Раствор Б: отбирают 10 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,02 мг железа.

2.3.2. *Приготовление буферного раствора:* 272 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см³ воды и устанавливают pH 5,5, добавляя соответствующее количество ледяной уксусной кислоты.

2.3.3. Для построения градуировочного графика в восемь из девяти мерных колб вместимостью 100 см³ каждая отмеряют 0,5; 1; 2; 4; 6; 8; 10 и 12 см³ раствора Б, что соответствует 10, 20, 40, 80, 120, 160, 200 и 240 мкг железа. В девятую колбу раствор Б не добавляют. Во все колбы наливают воды до 60 см³, добавляют 10 см³ буферного раствора, 2 см³ раствора солянокислого гидроксиламина и 5 см³ раствора *о*-фенантролина, перемешивая после добавления каждого реактива.

Растворы доводят водой до метки и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 510 нм, пользуясь соответствующими кюветами.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора железа.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им значениям содержания железа строят градуировочный график.

2.4. Проведение анализа

Навеску сплава массой 2 г при массовой доле железа до 0,01% или 0,5 г при массовой доле железа свыше 0,01% помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют при медленном нагревании в 20 см³ азотной кислоты (1 : 3), накрыв

колбу часовым стеклом. Затем снимают часовое стекло, добавляют 15 см³ хлорной кислоты и кипятят, пока объем раствора уменьшится приблизительно до 5 см³. Добавляют 50 см³ воды, 1 г свинца, снова накрывают часовым стеклом и медленно кипятят в течение 15 мин. Раствор охлаждают и промывают свинец декантированием. Затем добавляют еще 1 г свинца и медленно кипятят в течение 5 мин. Если поверхность свинца изменяется в результате осаждения меди или сурьмы, кипятят еще 10 мин, добавив новые порции свинца. Раствор декантируют, свинец промывают водой и отбрасывают. После этого раствор фильтруют через фильтр средней плотности. Фильтр промывают водой, собирая фильтрат и промывные воды в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 25 см³ буферного раствора, 2 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, 10 см³ раствора *о*-фенантролина. Раствор доводят водой до метки и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора, как указано в п. 2.3.3. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

Массу железа находят по градуировочному графику.

2.5. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2 \cdot 10000},$$

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

V_1 — объем исходного раствора, см³;

m — масса навески сплава, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см³.

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

Массовая доля железа, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,0005 до 0,001	0,0003
Св 0,001 » 0,003	0,0005
» 0,003 » 0,01	0,001
» 0,01 » 0,04	0,002

2.5.3. Метод применяют при разногласии в оценке качества сплава.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтого сульфосалицилатного комплекса железа и последующем измерении его оптической плотности при длине волны 390—413 нм. Свинец предварительно выделяют в виде сульфата.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 1 и 1 : 9.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, 50%-ный раствор.

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

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, 30%-ный раствор.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, 25%-ный раствор.

Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. *Приготовление стандартных растворов железа*

Раствор А: 0,702 г соли Мора растворяют в 100 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,2 мг железа.

Раствор Б: отбирают 5 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг железа.

3.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью 50 см³ отбирают 1, 2, 3, 4, 5 и 6 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 10, 20, 30, 40, 50 и 60 мкг железа, в седьмую колбу раствор Б не добавляют. Во все колбы приливают по 20 см³ воды, по 1 см³ раствора винной кислоты, по 10 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, нейтрализуют раствором аммиака по лакмусу и приливают 2 см³ в избыток. Доводят объем раствора до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют в области длин волн 390—413 нм. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора железа.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им содержаниям железа строят градуировочный график.

3.4. Проведение анализа

Навеску сплава массой 5 г при масовой доле железа до 0,005% или 1 г при массовой доле железа свыше 0,005 % помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют при медленном нагревании в 50 см³ раствора азотной кислоты (1 : 1) с добавле-

нием 5 см³ раствора винной кислоты, накрыв колбу часовым стеклом. Затем снимают часовое стекло, раствор кипятят до удаления окислов азота. Приливают 20 см³ воды и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³. Вводят 10 см³ серной кислоты (1 : 1), доливают до метки водой, хорошо перемешивают и дают отстояться осадку сернокислого свинца.

20 см³ прозрачного раствора при массовой доле железа до 0,005% и 10 см³ при массовой доле железа свыше 0,005% переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, приливают 1 см³ раствора винной кислоты, 10 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, нейтрализуют раствором аммиака до щелочной реакции по лакмусу и приливают 2 см³ в избыток. Доводят объем раствора до метки водой и хорошо перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора как указано в п. 3.3.2.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

Массу железа находят по градуировочному графику.

3.5. Обработка результатов

Обработку результатов анализа проводят по п. 2.5.

Изменение № 1 ГОСТ 1293.7—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Методы определения железа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.11.87 № 4205

Дата введения 01.07.88

Заменить код: ОКП 17 2532 на ОКСТУ 1709.

Пункты 2.1, 2.3.3 после слов «длине волны 510 нм» дополнить словами: «на спектрофотометре или в области длин волн 500—530 нм на фотоэлектроколориметре».

(Продолжение см. с. 68)

(Продолжение изменения к ГОСТ 1293.7—83)

Пункты 2.2, 3.2. Второй абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 4461—77» на «особой чистоты по ГОСТ 11125—84».

Пункт 3.1. Заменить слова: 390—413 нм на «420 нм на спектрофотометре или в области длин волн 400—420 нм на фотоэлектроколориметре».

Пункт 3.3.2. Первый абзац. Заменить слова: 390—413 нм на «400—420 нм на фотоэлектроколориметре или при длине волны 420 нм на спектрофотометре».

(ИУС № 2 1988 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 1293.7—83 Сплавы свинцово-сурьмянистые. Методы определения железа

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13 от 28.05.98)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2930

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт

(Продолжение см. с. 44)

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 1293.7—83)

Продолжение

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

На обложке и первой странице под обозначением стандарта исключить обозначение: **(СТ СЭВ 3498—81).**

Вводная часть. Второй абзац исключить.

(Продолжение см. с. 45)

Пункт 2.2. Седьмой, восьмой абзацы. Заменить слова: «1%-ный свежеприготовленный раствор» на «раствор 10 г/дм^3, свежеприготовленный»;

заменить ссылку: ГОСТ 22861—77 на ГОСТ 22861—93.

Пункт 2.3.1. Первый абзац. Заменить значение: 0,702 г на 0,7020 г.

Пункт 2.4. Заменить значения: 2 г на 2,0000 г; 0,5 г на 0,5000 г.

Пункт 2.5.2 изложить в новой редакции:

«2.5.2. Расхождение результатов параллельных определений d (разность наибольшего и наименьшего результатов параллельных определений) и расхождение результатов анализа D (разность большего и меньшего результатов анализа) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать значений абсолютных допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля железа, %	Предельное значение погрешности результатов анализа Δ, %	Расхождение результатов параллельных определений d, %	Расхождение результатов анализа D, %
От 0,005 до 0,0010 включ.	0,0002	0,0003	0,0003
Св. 0,0010 » 0,0020 »	0,0004	0,0005	0,0005
» 0,0020 » 0,0050 »	0,0005	0,0007	0,0007
» 0,0050 » 0,010 »	0,0010	0,0013	0,0013
» 0,010 » 0,020 »	0,002	0,002	0,002
» 0,020 » 0,040 »	0,002	0,003	0,003

(Продолжение см. с. 46)

Контроль точности анализа осуществляется с помощью стандартных образцов или другими методами, предусмотренными ГОСТ 1293.0—83.

Погрешность результатов анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не превышает предельных значений Δ, приведенных в таблице, при выполнении следующих условий: расхождение результатов параллельных определений не превышает допускаемых, результаты контроля точности положительные».

Пункт 3.2. Третий абзац. Заменить слова: «50%-ный раствор» на «раствор 500 г/дм^3»;

пятый абзац. Заменить слова: «30%-ный раствор» на «раствор 300 г/дм^3»;

шестой абзац. Исключить слова: «25%-ный раствор».

Пункт 3.3.1. Первый абзац. Заменить значение: 0,702 г на 0,7020 г.

Пункт 3.4. Первый абзац. Заменить значения и слова: 5 г на 5,0000 г, 1 г на 1,0000 г, «окислов азота» на «оксидов азота».

(ИУС № 7 2001 г.)

gost.e-ecolog.ru