

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°C в течение 30 мин и охлажденной в эксикаторе, растворяют в 20 см³ соляной кислоты с добавлением нескольких капель раствора перекиси водорода. Раствор кипятят для разрушения избытка перекиси водорода, ок-



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, см³;

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 (Fe₂O₃).

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 0,5000 г железа или 0,7149 г окиси железа, предварительно прокаленной при температуре 500°C в течение 30 мин и охлажденной в эксикаторе, помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 20 см³ соляной кислоты с добавлением нескольких капель раствора перекиси водорода. Раствор кипятят для разрушения избытка перекиси водорода, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 1 мг железа.

Раствор Б: 10 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 0,1 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, см ³	Объем аликвотной части раствора, см ³
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 25284.6-82 моль/дм³».

Пункты 2.2, 3.2. Заменить значение: 2 н. на 2 моль/дм³.

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

(ИУС № 11 1987 г.)