

## 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 *o*-фенантролином.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА  
с *o*-ФЕНАНТРОЛИНОМ

## 2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании при рН 4 окрашенного в красный цвет комплексного соединения двухвалентного железа с *o*-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.

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

Свинец по ГОСТ 22861—77 в пластинах, 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.

o-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 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,2 мг железа.

Раствор Б: отбирают 10 см<sup>3</sup> раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,02 мг железа.

2.3.2. Приготовление буферного раствора: 272 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> каждая отмеряют 0,5; 1; 2; 4; 6; 8; 10 и 12 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> буферного раствора, 2 см<sup>3</sup> раствора солянокислого гидроксиламина и 5 см<sup>3</sup> раствора o-фенантролина, перемешивая после добавления каждого реагента.

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 см<sup>3</sup> и растворяют при медленном нагревании в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:3), накрыв

колбу часовым стеклом. Затем снимают часовое стекло, добавляют 15 см<sup>3</sup> хлорной кислоты и кипятят, пока объем раствора уменьшится приблизительно до 5 см<sup>3</sup>. Добавляют 50 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, добавляют 25 см<sup>3</sup> буферного раствора, 2 см<sup>3</sup> раствора солянокислого гидроксиамина, 10 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески сплава, г;

$V_2$  — объем аликовой части раствора, см<sup>3</sup>.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности  $P^1=0,95$  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	0,012

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

Фотоэлектролориметр 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 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1), переводят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,2 мг железа.

Раствор Б: отбирают 5 см<sup>3</sup> раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,01 мг железа.

3.3.2. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают 1, 2, 3, 4, 5 и 6 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 10, 20, 30, 40, 50 и 60 мкг железа, в седьмую колбу растворов Б не добавляют. Во все колбы приливают по 20 см<sup>3</sup> воды, по 1 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, по 10 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, нейтрализуют раствором аммиака по лакмусу и приливают 2 см<sup>3</sup> в избыток. Доводят объем раствора до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность растворов измеряют в области длины 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 массовой доле железа до 0,005% или 1 г при массовой доле железа свыше 0,005% помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и растворяют при медленном нагревании в 50 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты (1:1) с добавле-

нием 5 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, накрывают колбу часовым стеклом. Затем снимают часовое стекло, раствор кипятят до удаления окислов азота. Приливают 20 см<sup>3</sup> воды и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Вводят 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1), доливают до метки водой, хорошо перемешивают и дают отстояться осадку сернокислого свинца.

20 см<sup>3</sup> прозрачного раствора при массовой доле железа до 0,005% и 10 см<sup>3</sup> при массовой доле железа выше 0,005% переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, приливают 1 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, 10 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, нейтрализуют раствором аммиака до щелочной реакции по лакмусу и приливают 2 см<sup>3</sup> 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 фотозондировании метре».

(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 «состо-  
бой 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)*

(Продолжение изменения № 2 к ГОСТ 1293.7—83)

Пункт 2.2. Седьмой, восьмой абзацы. Заменить слова: «1%-ный свежеприготовленный раствор» на «раствор 10 г/дм<sup>3</sup>, 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 $\Delta$ , %	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  $\Delta$ , 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<sup>3</sup>»;

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

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.)