ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЦИНК

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

ГОСТ 19251.1—79
(ИСО 714—75, ИСО 1055—75)

Издание официальное

БЗ 8—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

УДК 669.5:546.72.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЦИНК

Метод определения железа

Zinc.
Method of iron determination

ГОСТ 19251.1—79

(ИСО 714—75, ИСО 1055—75)

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле железа от 0,001 до 0,2 %) метод определения железа.

Стандарт полностью соответствует стандартам ИСО 714—75 и ИСО 1055—75.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 19251.0.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

2.1. Сущность метода

Метод основан на свойстве ионов железа образовывать в аммиачной среде с сульфосалициловой кислотой комплексное соединение, желтая окраска которого фотометрируется в области длин волн 413—425 нм.

Чувствительность метода 20 мкг в объеме 100 $см^3$.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1, 1:9.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор 200 $г/дм^3$.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1 и 2:100.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Лантан азотнокислый ($La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$), раствор 1 $мг/см^3$: 0,3115 г соли растворяют в 20 $см^3$ воды с добавкой нескольких капель азотной кислоты, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845, раствор 20 $г/дм^3$.

Порошок железный восстановленный марки ПЖВ-1 по ГОСТ 9849.

Железо (III) окись.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 0,1000 г железного порошка или 0,1300 г окиси железа (III) растворяют в 20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипятят до удаления оксидов азота. Охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:9.

1 $см^3$ раствора А содержит 0,1 мг железа.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1979
© ИПК Издательство стандартов, 1998
Переиздание с Изменениями

Допускается приготовление стандартного раствора растворением навески в соляной кислоте.

Раствор Б: 50 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1:9.

1 см^3 раствора Б содержит 0,05 мг железа.

Раствор Б готовят в день употребления.

Кадмий марки Кд00 по ГОСТ 22860.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. При массовой доле меди до 0,05 % навеску цинка массой 2,5000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, приливают 30 см^3 воды и кипятят до удаления оксидов азота.

В зависимости от массовой доли железа для анализа берут весь раствор или аликвотную часть его после разбавления водой в соответствии с табл. 1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 раствора виннокислого калия-натрия, 10 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты, нейтрализуют аммиаком до получения желтой окраски, доливают до метки аммиаком, разбавленным 1:1, и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Объем раствора пробы, см^3	Объем аликовотной части раствора, см^3
От 0,001 до 0,01	—	Весь
Св. 0,01 » 0,05	100	10
» 0,05 » 0,2	100	5

Примечание. Допускается растворение навески соляной кислотой с пероксидом водорода.

Оптическую плотность растворов измеряют в подходящей кювете в области длин волн 413—425 нм.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит раствор контрольного опыта.

Содержание железа устанавливают по градуировочному графику.

2.3.2. При массовой доле меди свыше 0,05 % навеску цинка массой 2,5000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и продолжают кипятить до удаления оксидов азота. Доводят объем водой до 70 см^3, добавляют 2 см^3 раствора азотнокислого лантана, нагревают до 60—70 °С и приливают 12—13 см^3 аммиака для перевода цинка в аммиачный комплекс.

Через 30 мин осадок гидроксидов фильтруют через фильтр средней плотности и промывают несколько раз теплым раствором аммиака, разбавленным 2:100. Осадок смывают с фильтра горячей водой в колбу, в которой проводилось осаждение, остатки осадка на фильтре и осадок в колбе растворяют в 10 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1. Фильтр промывают несколько раз горячей водой. Раствор упаривают до объема 2—3 см^3 и охлаждают.

В зависимости от массовой доли железа для анализа берут весь раствор или аликвотную часть его после разбавления водой в соответствии с табл. 1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5 см^3 раствора виннокислого калия-натрия и далее анализ проводят как указано в п. 2.3.1.

2.3.1, 2.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

2.3.2а. Допускается устранение влияния меди восстановлением металлическим кадмием. Навеску цинка массой 2,5000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 25 см^3 соляной кислоты 1:1, добавляют 0,25 см^3 пероксида водорода и кипятят до удаления избытка пероксида водорода. Добавляют 0,5 г кадмия и осторожно нагревают в течение 3 мин, часто встряхивая, до полного восстановления меди.

Охлаждают, фильтруют через неплотный бумажный фильтр, собирая количественно раствор и промывные воды в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Разбавляют водой до метки и перемешивают.

Аликвотную часть раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и далее по п. 2.3.1.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

2.3.3. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью

100 см^3 отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует 25, 50, 100, 150, 200 и 250 мкг железа. В каждую колбу приливают по 5 см^3 раствора виннокислого калия-натрия, 10 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1.

Оптическую плотность растворов измеряют в соответствующей кювете в области длин волн 413—425 нм.

Раствором сравнения при измерении оптической плотности служит раствор контрольного опыта.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массовым долям железа строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю железа (X), %, вычисляют по формуле

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

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

m_1 — масса навески, содержащаяся в отобранной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные значения разностей результатов двух параллельных определений (показатель сходимости) и результатов двух анализов (показатель воспроизводимости) с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$ не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Допускаемое расхождение параллельных определений, %	Допускаемое расхождение результатов анализа, %
От 0,0010 до 0,0030 включ.	0,0003	0,0004
Св. 0,0030 » 0,0100 »	0,0010	0,0015
» 0,010 » 0,030 »	0,002	0,003
» 0,030 » 0,100 »	0,005	0,007
» 0,100 » 0,200 »	0,010	0,015

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Раздел. 3. **(Исключен, Изм. № 3).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   В.И. Лысенко, Л.И. Максай, Р.Д. Коган, В.А. Колесникова, Н.А. Романенко, Р.А. Пестова

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.08.79 № 3077**

3. **Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 от 26.04.95)**

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Азербайджан	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Республика Киргизстан	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Республика Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

4. **Стандарт полностью соответствует стандартам ИСО 714—75, ИСО 1055—75**

5. **ВЗАМЕН ГОСТ 19251.1—73**

6. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2
ГОСТ 4478—78	2.2
ГОСТ 5845—79	2.2
ГОСТ 9849—86	2.2
ГОСТ 10929—76	2.2
ГОСТ 19251.0—79	1.1
ГОСТ 22860—93	2.2
ИСО 714—75	Вводная часть
ИСО 1055—75	Вводная часть

7. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)**

8. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (февраль 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в октябре 1984 г., апреле 1989 г., июне 1996 г. (ИУС 1—85, 7—89, 9—96)**

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 24.02.98. Подписано в печать 01.04.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,45. Тираж166 экз. С352. Зак. 239.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102