



ДСТУ 2856.6—94
(ГОСТ 25284.6—95)

ДЕРЖАВНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СПЛАВИ ЦИНКОВІ
Методи визначення заліза

Видання офіційне

ДЕРЖСТАНДАРТ УКРАЇНИ
Київ

ДСТУ 2856.6—94 (ГОСТ 25284.6—95)

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО І ВНЕСЕНО Донецьким державним інститутом кольорових металів (ДонІКМ) (ТК 11)

2 ЗАТВЕРДЖЕНО наказом Держстандарту України від 23 листопада 1994 р. № 290

ВВЕДЕНО В ДІЮ наказом Держстандарту України від 20 червня 1995 р. № 196

3 НА ЗАМІНУ ГОСТ 25284.6—82

4 РОЗРОБНИКИ: А. М. Опанасенко, канд. техн. наук, Ю. К. Бородай, канд. хім. наук, Л. І. Коноваленко, канд. хім. наук, В. Г. Левицький, канд. техн. наук, Л. А. Малихіна, О. В. Маштакова, Л. І. Нетіменко, Т. В. Поскребишева, В. І. Резнік, Л. Г. Скрябіна, канд. техн. наук (керівник розробки), К. А. Уварова, канд. хім. наук, Ф. О. Хубеджев

Видання офіційне

© Держстандарт України, 1996

Цей стандарт не може бути повністю чи частково відтворений, тиражований та розповсюджений як офіційне видання без дозволу Держстандарту України

ДЕРЖАВНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

СПЛАВИ ЦИНКОВІ

Методи визначення заліза

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

Методы определения железа

ZINC ALLOYS

Methods for the determination of iron

Чинний від 1996—07—01

1 Галузь використання

Цей стандарт поширюється на цинкові сплави і встановлює атомно-абсорбційний і фотометричні методи визначення заліза з масовою часткою його від 0,01 % до 0,4 % у пробах цих сплавів.

2 Нормативні посилання

В цьому стандарті використані посилання на такі стандарти:
ДСТУ 2856.0—94 (ГОСТ 25284.0—95) Сплави цинкові. Загальні вимоги до методів аналізу

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
ГОСТ 4478—78 Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия

ГОСТ 6344—73 Твомочевина. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

3 Загальні вимоги

Загальні вимоги до методів аналізу — згідно з ДСТУ 2856.0 (ГОСТ 25284.0).

4 Атомно-абсорбційний метод

4.1 Суть методу

Метод базується на розчиненні проби у соляній кислоті та вимірюванні атомної абсорбції заліза у полум'ї ацетилен — повітря при довжині хвилі 248,3 нм.

4.2 Апаратура, реактиви і розчини

Атомно-абсорбційний спектрофотометр з джерелом випромінювання для заліза.

Кислота соляна — за ГОСТ 3118, розведена 1 : 1 і розчин 2 моль/дм³.

Водню пероксид — за ГОСТ 10929.

Залізо металеве відновлене або оксид заліза (III) — за нормативною документацією.

Стандартні розчини заліза:

Розчин А: 0,5 г заліза металевого або 0,7149 г оксиду заліза (III), попередньо прожареного за температури 500 °С протягом 30 хв і охолодженого в ексикаторі, розчиняють у 50 см³ розчину соляної кислоти (1 : 1), додають кілька крапель пероксиду водню. Розчин кип'ятять для зруйнування надлишку пероксиду водню, охолоджують, переносять у мірну колбу місткістю 500 см³, доливають водою до позначки і перемішують.

1 см³ розчину А містить 0,001 г заліза.

Розчин Б: 10 см³ розчину А переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, додають 10 см³ розчину (2 моль/дм³) соляної кислоти, доливають водою до позначки і перемішують.

1 см³ розчину Б містить 0,0001 г заліза.

4.3 Проведення аналізу

4.3.1 Наважку сплаву масою 1 г вміщують у стакан місткістю 300 см³, додають 10 см³ розчину соляної кислоти (1 : 1). Після припинення реакції розчинення додають 1 см³ пероксиду водню і кип'ятять 5 хв.

4.3.2 Розчин охолоджують, переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають водою до позначки і перемішують.

4.3.3 За масової частки заліза понад 0,1 % у мірну колбу місткістю 100 см³ вміщують 25 см³ розчину, одержаного за 4.3.2, додають 10 см³ розчину (2 моль/дм³) соляної кислоти, доливають водою до позначки і перемішують.

4.3.4 Для побудови градувального графіка у п'ять із шести мірних колб місткістю 100 см³ вміщують 1,0; 3,0; 5,0; 7,0 і 10,0 см³ стандартного розчину Б. У кожен колбу додають по 10 см³ розчину (2 моль/дм³) соляної кислоти, доливають водою до позначки і перемішують.

Розчин, до якого не введено заліза, служить розчином контрольного дослідю.

4.3.5 Розчин проби, одержаний згідно з 4.3.2 або 4.3.3, розчини для побудови градуовального графіка і контрольного дослідю розпилюють у полум'я ацетилен—повітря і вимірюють атомну абсорбцію заліза при довжині хвилі 248,3 нм.

За одержаними значеннями атомної абсорбції заліза та відповідними до них масовими концентраціями заліза будують градуовальний графік у координатах «значення атомної абсорбції — масова концентрація заліза, г/см³».

Масову концентрацію заліза у розчинах проби та контрольного дослідю визначають за градуовальним графіком.

4.4 Опрацювання результатів

4.4.1 Масову частку заліза (X) у відсотках обчислюють за формулою

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

де c_1 — масова концентрація заліза у розчині проби, знайдена за градуовальним графіком, г/см³;

c_2 — масова концентрація заліза у розчині контрольного дослідю, знайдена за градуовальним графіком, г/см³;

V — об'єм розчину проби, см³;

m — маса наважки проби або маса наважки в аліквотній частині проби, г.

4.4.2 Розбіжність між результатами паралельних визначень та результатами аналізу не повинна перевищувати допустимих (за довірчої ймовірності 0,95) значень, наведених у таблиці 1.

Таблиця 1

У відсотках

Масова частка заліза	Абсолютна допустима розбіжність	
	результатів паралельних визначень заліза	результатів аналізу заліза
Від 0,01 до 0,03 включно	0,0025	0,005
Понад 0,03 " 0,1 "	0,006	0,012
" 0,1 " 0,2 "	0,013	0,026
" 0,2 " 0,4 "	0,025	0,05

5 Фотометричний метод із сульфосаліциловою кислотою

5.1 Суть методу

Метод базується на відділенні заліза від міді після розчинення проби в соляній кислоті, утворенні забарвленої у жовтий колір комплексної сполуки заліза з сульфосаліциловою кислотою в аміачному розчині та вимірюванні оптичної густини розчину вказаної сполуки при довжині хвилі 425 нм.

5.2 Апаратура, реактиви і розчини

Спектрофотометр або фотоелектроколориметр.

Кислота соляна — за ГОСТ 3118, розведена 1 : 1 і розчин 2 моль/дм³.

Кислота сірчана — за ГОСТ 4204.

Кислота сульфосаліцилова — за ГОСТ 4478, розчин 25 г/дм³: 25 г сульфосаліцилової кислоти розчиняють у 1 дм³ води і фільтрують. За відсутності сульфосаліцилової кислоти змішують 135 г сульфосаліцилату натрію з 1 дм³ води, додають 25 см³ концентрованої сірчаної кислоти, нагрівають і перемішують до повного розчинення.

Натрію сульфосаліцилат — за нормативною документацією.

Аміак водний — за ГОСТ 3760.

Водню пероксид — за ГОСТ 10929.

Залізо металеве відновлене або оксид заліза (III) — за нормативною документацією.

Стандартні розчини заліза:

Розчин А: готують згідно з 4.2.

1 см³ розчину А містить 0,001 г заліза.

Розчин Б: готують згідно з 4.2.

1 см³ розчину Б містить 0,0001 г заліза.

5.3 Проведення аналізу

5.3.1 Наважку сплаву масою 1 г вміщують у стакан місткістю 300 см³ і розчиняють у 10 см³ розчину соляної кислоти (1 : 1). Осад міді відфільтровують через фільтр середньої щільності («біла стрічка»), промивають осад кілька разів гарячою водою, збираючи фільтрат і промивні води у конічну колбу місткістю 300 см³. До фільтрату додають кілька крапель пероксиду водню і кип'ячать 10 хв для зруйнування надлишку окислювача. Розчин охолоджують, переносять у мірну колбу місткістю 100 см³.

5.3.2 За масової частки заліза понад 0,08 % розчин, одержаний згідно з 5.3.1, доводять водою до позначки і перемішують. Аліквотну частину розчину 20 см³ вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³.

5.3.3 Для побудови градууювального графіка у п'ять із шести мірних колб місткістю 100 см³ вводять 1,0; 3,0; 5,0; 7,0 і 9,0 см³ стандартного розчину Б.

5.3.4 До розчинів, одержаних згідно з 5.3.1 або 5.3.2 та 5.3.3, додають, перемішуючи, 15 см³ сульфосаліцилової кислоти, аміак до одержання жовтого забарвлення і потім ще 20 см³ аміаку. Розчин доливвають водою до позначки і перемішують. Через 10 хв вимірюють оптичну густину при довжині хвилі 425 нм. Розчином порівняння служить розчин контрольного досліді (розчин, відповідний 5.3.3, до якого не додано заліза).

За одержаними значеннями оптичної густини та відповідними до них масами заліза будують градууювальний графік у координатах «значення оптичної густини — маса заліза, г».

5.4 Опрацювання результатів

5.4.1 Масову частку заліза (X) у відсотках обчислюють за формулою

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

де m_1 — маса заліза, знайдена за градууювальним графіком, г;

m — маса наважки, що відповідає аликвотній частині розчину, г.

5.4.2 Розбіжність результатів паралельних визначень і результатів аналізу не повинна перевищувати допустимих (за довірчої ймовірності 0,95) значень, наведених у таблиці 1.

6 Фотометричний метод з 1,10-фенантроліном

6.1 Суть методу

Метод базується на вимірюванні оптичної густини розчину комплексної сполуки заліза (II) з 1,10-фенантроліном, яка утворюється при рН 1,6–1,8. Вплив міді усувають тіосечовиною.

6.2 Апаратура, реактиви і розчини

Спектрофотометр або фотоелектроколориметр.

Кислота азотна — за ГОСТ 4461.

Кислота соляна — за ГОСТ 3118, розчини 1 моль/дм³ і 0,2 моль/дм³.

Водню пероксид — за ГОСТ 10929.

Тіосечовина — за ГОСТ 6344, розчин 100 г/дм³.

1,10-фенантролін солянокислий, розчин 30 г/дм³.

Залізо металеве відновлене або оксид заліза (III) — за нормативною документацією.

Стандартні розчини заліза:

Розчин А: готують згідно з 4.2.

1 см³ розчину А містить 0,001 г заліза.

Розчин Б: 1 см³ стандартного розчину А вміщують у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають до позначки водою і перемішують.

1 см³ розчину Б містить 0,00001 г заліза.

6.3 Проведення аналізу

6.3.1 Наважку сплаву масою 1 г вміщують у стакан місткістю 400 см³ і розчиняють у 15 см³ соляної кислоти та 2 см³ азотної кислоти. Розчин випарюють насухо, залишок розчиняють при нагріванні у 20 см³ розчину соляної кислоти (1 моль/дм³). Розчин охолоджують, переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, доливають до позначки водою і перемішують.

6.3.2 За масової частки заліза до 0,05 % аліквотну частину розчину 5 см³ переносять у мірну колбу місткістю 50 см³, додають 20 см³ води, 10 см³ розчину тіосечовини і 10 см³ розчину 1,10-фенантроліну. Розчин доливають до позначки водою і перемішують. Розчин, до якого додано всіх реактивів, служить розчином порівняння.

6.3.3 За масової частки заліза від 0,05 % до 0,25 % 20 см³ розчину, одержаного за 6.3.1, переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, додають 16 см³ розчину соляної кислоти (1 моль/дм³), доливають до позначки водою і перемішують.

Аліквотну частину розчину 5 см³ переносять у мірну колбу місткістю 50 см³ і далі діють, як у 6.3.2.

6.3.4 За масової частки заліза від 0,25 % до 0,40 % 10 см³ розчину, одержаного за 6.3.1, переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, додають 18 см³ розчину соляної кислоти (1 моль/дм³), доливають до позначки водою і перемішують. Аліквотну частину розчину 5 см³ переносять у мірну колбу місткістю 50 см³ і далі діють, як у 6.3.2.

6.3.5 Для побудови градувального графіка у сім мірних колб місткістю 50 см³ вміщують 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного розчину Б, додають 5 см³ розчину соляної кислоти (2 моль/дм³), воду до об'єму 25 см³, 10 см³ розчину тіосечовини, 10 см³ розчину 1,10-фенантроліну, доливають до позначки водою і перемішують. Розчин, який не містить заліза, служить розчином порівняння.

6.3.6 Через 30 хв вимірюють оптичну густину розчину проби і розчинів для побудови градувального графіка при довжині хвилі 490 нм у кюветі з товщиною поглинаючого шару 5 см.

За одержаними значеннями оптичної густини та відповідними до них масами заліза будують градувальний графік у координатах «значення оптичної густини — маса заліза, г». Вміст заліза у пробі знаходять за градувальним графіком.

6.4 Опрацювання результатів**6.4.1** Масову частку заліза (X) у відсотках обчислюють за формулою

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

де m_1 — маса заліза, знайдена за градууювальним графіком, г; m — маса наважки в аліквотній частині розчину, г.**6.4.2** Розбіжність результатів паралельних визначень і результатів аналізу не повинна перевищувати допустимих (за довірчої ймовірності 0,95) значень, наведених у таблиці 1.

ДСТУ 2856.6—94 (ГОСТ 25284.6—95)

УДК 669.55:543.06:006.354

В59

Ключові слова: цинкові сплави, залізо, атомно-абсорбційний метод, довжина хвилі, фотометричний метод, сульфосаліцилова кислота, 1,10-фенантролін

ГОСТ 25284.6—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ
Методы определения железа

Издание официальное

Межгосударственный Совет
по стандартизации, метрологии и сертификации

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАН Донецким государственным институтом цветных металлов (ДонИЦМ); МТК 107

ВНЕСЕН Государственным Комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 7 МГС от 26 апреля 1995 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Украина	Госстандарт Украины

3 ВЗАМЕН ГОСТ 25284.6—82

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ ЦИНКОВЫЕ

Методы определения железа

ZINC ALLOYS

Methods for the determination of iron

Дата введения 1996—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на цинковые сплавы и устанавливает атомно-абсорбционный и фотометрические методы определения железа при его массовой доле от 0,01 % до 0,4 % в пробах этих сплавов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия
- ГОСТ 4478—78 Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия
- ГОСТ 6344—73 Тиомочевина. Технические условия
- ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия
- ГОСТ 25284.0—95 Сплавы цинковые. Общие требования к методам анализа.

3 Общие требования

Общие требования к методам анализа — согласно ГОСТ 25284.0.

4 Атомно-абсорбционный метод

4.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте и измерении атомной абсорбции железа в пламени ацетилен—воздух при длине волны 248,3 нм.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для железа.

Кислота соляная — по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1 и раствор 2 моль/дм³.

Водорода пероксид — по ГОСТ 10929.

Железо металлическое восстановленное или оксид железа (III) — по нормативной документации.

Стандартные растворы железа:

Раствор А: 0,5 г железа металлического или 0,7149 г оксида железа (III), предварительно прокаленного при температуре 500 °С в течение 30 мин и охлажденного в эксикаторе, растворяют в 50 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1), добавляют несколько капель пероксида водорода. Раствор кипятят для разрушения избытка пероксида водорода, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г железа.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора (2 моль/дм³) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г железа.

4.3 Проведение анализа

4.3.1 Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1). После прекращения реакции растворения добавляют 1 см³ пероксида водорода и кипятят 5 мин.

4.3.2 Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.3 При массовой доле железа свыше 0,1 % в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 25 см³ раствора, полученного по 4.3.2, добавляют 10 см³ раствора (2 моль/дм³) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

4.3.4 Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью 100 см³ помещают 1,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 10,0 см³

стандартного раствора Б. В каждую колбу добавляют по 10 см³ раствора (2 моль/дм³) соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор, в который не введено железо, служит раствором контрольного опыта.

4.3.5 Раствор пробы, полученный в соответствии с 4.3.2 или 4.3.3, растворы для построения градуировочного графика и контрольного опыта распыляют в пламя ацетилен—воздух и измеряют атомную абсорбцию железа при длине волны 248,3 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции железа и соответствующим им массовым концентрациям железа строят градуировочный график в координатах «значение атомной абсорбции — массовая концентрация железа, г/см³».

Массовую концентрацию железа в растворах пробы и контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

4.4 Обработка результатов

4.4.1 Массовую долю железа (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \cdot V}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

где c_1 — массовая концентрация железа в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

c_2 — массовая концентрация железа в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы или масса навески в аликвотной части пробы, г.

4.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допусаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

В процентах

Массовая доля железа					Абсолютное допусаемое расхождение	
					результатов параллельных определений железа	результатов анализа железа
От	0,01	до	0,03	включ.	0,0025	0,005
Св.	0,03	"	0,1	"	0,006	0,012
"	0,1	"	0,2	"	0,013	0,026
"	0,2	"	0,4	"	0,025	0,05

5 Фотометрический метод с сульфосалициловой кислотой

5.1 Сущность метода

Метод основан на отделении железа от меди после растворения пробы в соляной кислоте, образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения железа с сульфосалициловой кислотой в аммиачном растворе и измерении оптической плотности раствора указанного соединения при длине волны 425 нм.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная — по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1 и раствор 2 моль/дм³.

Кислота серная — по ГОСТ 4204.

Кислота сульфосалициловая — по ГОСТ 4478, раствор 25 г/дм³: 25 г сульфосалициловой кислоты растворяют в 1 дм³ воды и фильтруют. При отсутствии сульфосалициловой кислоты смешивают 135 г сульфосалицилата натрия с 1 дм³ воды, добавляют 25 см³ концентрированной серной кислоты, нагревают и перемешивают до полного растворения.

Натрия сульфосалицилат — по нормативной документации.

Аммиак водный — по ГОСТ 3760.

Водорода пероксид — по ГОСТ 10929.

Железо металлическое восстановленное или оксид железа (III) — по нормативной документации.

Стандартные растворы железа:

Раствор А: готовят в соответствии с 4.2.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г железа.

Раствор Б: готовят в соответствии с 4.2.

1 см³ раствора Б содержит 0,0001 г железа.

5.3 Проведение анализа

5.3.1 Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³ и растворяют в 10 см³ раствора соляной кислоты (1 : 1). Осадок меди отфильтровывают через фильтр средней плотности («белая лента»), промывают осадок несколько раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в коническую колбу вместимостью 300 см³. К фильтрату добавляют несколько капель пероксида водорода и кипятят 10 мин для разрушения избытка окислителя. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³.

5.3.2 При массовой доле железа свыше 0,08 % раствор, полученный в соответствии с 5.3.1, доводят водой до метки и перемешивают. Аликвот-

ную часть раствора 20 см³ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³.

5.3.3 Для построения градуировочного графика в пять из шести мерных колб вместимостью по 100 см³ вводят 1,0; 3,0; 5,0; 7,0 и 9,0 см³ стандартного раствора Б.

5.3.4 К растворам, полученным в соответствии с 5.3.1 или 5.3.2 и 5.3.3, добавляют, перемешивая, 15 см³ сульфосалициловой кислоты, аммиак до получения желтой окраски и затем еще 20 см³ аммиака. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность при длине волны 425 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта (раствор, соответствующий 5.3.3, в который не добавлено железо).

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массам железа строят градуировочный график в координатах «значение оптической плотности — масса железа, г».

5.4 Обработка результатов

5.4.1 Массовую долю железа (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

где m_1 — масса железа, найденная по градуировочному графику, г;

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

5.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допусковых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 1.

6 Фотометрический метод с 1,10-фенантролином

6.1 Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности раствора комплексного соединения железа (II) с 1,10-фенантролином, образующегося при рН 1,6–1,8. Влияние меди устраняют тиомочевинной.

6.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная — по ГОСТ 4461.

Кислота соляная — по ГОСТ 3118, растворы 1 моль/дм³ и 0,2 моль/дм³.

Водорода пероксид — по ГОСТ 10929.

Тиомочевина — по ГОСТ 6344, раствор 100 г/дм³.

1,10-фенантролин солянокислый, раствор 30 г/дм³.

Железо металлическое восстановленное или оксид железа (III) — по нормативной документации.

Стандартные растворы железа:

Раствор А: готовят в соответствии с 4.2.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г железа.

Раствор Б: 1 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г железа.

6.3 Проведение анализа

6.3.1 Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 15 см³ соляной кислоты и 2 см³ азотной кислоты. Раствор выпаривают досуха, остаток растворяют при нагревании в 20 см³ раствора соляной кислоты (1 моль/дм³). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

6.3.2 При массовой доле железа до 0,05 % аликвотную часть раствора 5 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 20 см³ воды, 10 см³ раствора тиомочевины и 10 см³ раствора 1,10-фенантролина. Раствор доливают до метки водой и перемешивают. Раствор, в который добавлены все реактивы, служит раствором сравнения.

6.3.3 При массовой доле железа от 0,05 % до 0,25 % 20 см³ раствора, полученного по 6.3.1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 16 см³ раствора соляной кислоты (1 моль/дм³), доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора 5 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и далее поступают, как в 6.3.2.

6.3.4 При массовой доле железа от 0,25 % до 0,40 % 10 см³ раствора, полученного по 6.3.1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 18 см³ раствора соляной кислоты (1 моль/дм³), доливают до метки водой и перемешивают. Аликвотную часть раствора 5 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и далее поступают, как в 6.3.2.

6.3.5 Для построения градуировочного графика в семь мерных колб вместимостью 50 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см³ стандартного раствора Б, добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты (2 моль/дм³), воду до объема 25 см³, 10 см³ раствора тиомочевины, 10 см³ раствора 1,10-фенантролина, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор, не содержащий железа, служит раствором сравнения.

6.3.6 Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора пробы и растворов для построения градуировочного графика при длине волны 490 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 5 см.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массам железа строят градуировочный график в координатах «значение оптической плотности — масса железа, г». Содержание железа в пробе находят по градуировочному графику.

6.4 Обработка результатов

6.4.1 Массовую долю железа (X) в процентах находят по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100, \quad (3)$$

где m_1 — масса железа, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески в аликвотной части раствора, г.

6.4.2 Расхождение результатов параллельных определений и результатов анализа не должно превышать допускаемых (при доверительной вероятности 0,95) значений, приведенных в таблице 1.

ГОСТ 25284.6—95

УДК 669.55:543.06:006.354

В59

Ключевые слова: цинковые сплавы, железо, атомно-абсорбционный метод, длина волны, фотометрический метод, сульфосалициловая кислота, 1,10-фенантролин
