

ХРОМ МЕТАЛЛИЧЕСКИЙ

Методы определения железа

Metallic chrome.
Methods for determination of iron

ГОСТ

13020.8—85

(СТ СЭВ 4507—84)

Взамен

ГОСТ 13020.8—75

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 мая 1985 г. № 1411 срок действия установлен

с 01.07.86

до 01.07.96

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения железа в металлическом хроме (при массовой доле железа от 0,3 до 1,5 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4507—84

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде стружки толщиной не более 0,5 мм по ГОСТ 23916—79.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на взаимодействии железа с сульфосалициловой кислотой при pH 8—11,5 с образованием комплекса желтого цвета и измерении оптической плотности окрашенного раствора на спектрофотометре при длине волны 420 нм или на фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 400 до 450 нм.

Железо от хрома отделяют аммиаком, предварительно окислив хром надсернистым аммонием до шестивалентного состояния.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.



Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1, 1:100.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:4.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Бромтимоловый синий, 0,1 %-ный спиртовой раствор.

Аммоний надсерникоксильный по ГОСТ 20478—75, 25 %-ный све-
жеприготовленный раствор.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, 20 %-ный рас-
твор.

Серебро азотнокислородное по ГОСТ 1277—75, 0,25 %-ный раствор.

Аммоний серникоксильный по ГОСТ 3769—78, 1 %-ный раствор.

Промывная жидкость: к 1 дм³ раствора серникоксильного аммония
приливают 2 см³ аммиака.

Алюминий металлический.

Алюминий хлоридный, 0,1 %-ный раствор по алюминию: навеску
алюминия массой 0,5 г растворяют при нагревании в 100 см³
соляной кислоты (1:1). После растворения навески раствор перено-
сят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до
метки и перемешивают.

Железо карбонильное.

Стандартные растворы железа:

раствор А: 0,5000 г карбонильного железа растворяют в 20 см³
соляной кислоты (1:1), окисляют азотной кислотой, раствор пере-
водят в мерную колбу вместимостью 500 см³, охлаждают, доливают
водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация железа в растворе А равна 0,001 г/см³;
раствор Б: 20 см³ стандартного раствора А разбавляют водой в
мерной колбе вместимостью 200 см³ и перемешивают.

Массовая концентрация железа в растворе Б равна 0,0001 г/см³.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,25 г помещают в колбумести-
мостью 500 см³, приливают 50 см³ разбавленной серной кислоты
и растворяют при нагревании. После растворения навески к рас-
твору добавляют 1—2 см³ азотной кислоты, 10 см³ раствора хло-
ристого алюминия при массовой доле железа до 0,5 % и 3—5 см³
— при массовой доле железа свыше 0,5 % и выпаривают до появ-
ления паров серной кислоты. Затем содержимое колбы охлаждают,
приливают 200 см³ воды и нагревают до растворения серникоксильных
солей хрома. К горячему раствору осторожно приливают 10 см³
раствора азотнокислого серебра, 50 см³ раствора надсерникоксильного
аммония и кипятят до полного разложения последнего.

После этого раствор охлаждают до 40—50 °С и осаждают же-
лезо аммиаком до появления запаха аммиака. Допускается осаж-
дение проводить по бромтимоловому синему индикатору до пере-
хода окраски раствора в сине-зеленый цвет.

Раствор нагревают до коагуляции осадка и через 3—5 мин осадок гидроокисей металлов отфильтровывают на фильтр средней плотности. Осадок промывают 10—12 раз горячей промывной жидкостью до получения бесцветных промывных вод, затем растворяют на фильтре в 20 см³ раствора горячей соляной кислоты (1:1), прибавляя ее в 2—3 приема и собирая раствор в колбу, где проводилось осаждение гидроокиси железа. Фильтр промывают 6—8 раз горячей соляной кислотой (1:100).

Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Аликвотную часть раствора, равную 10 см³, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 40 см³ воды, 20 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, добавляют 10 см³ аммиака и снова перемешивают. После этого раствор доливают водой до метки, перемешивают и через 10 мин измеряют его оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 420 нм или на фотоэлектроколориметре в области светопропускания от 400 до 450 нм.

В качестве раствора сравнения применяют воду.

Массу железа находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы или методом сравнения по стандартным образцам металлического хрома, близким по составу к анализируемому металлическому хрому и проведенным через все стадии анализа.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб из восьми вместимостью по 100 см³ каждая помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 4,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,00015; 0,0002; 0,00025; 0,0003 и 0,0004 г железа.

Во все колбы приливают 30 см³ воды, 20 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, добавляют 10 см³ аммиака, снова перемешивают, после чего растворы водой доводят до метки, перемешивают и через 10 мин измеряют их оптическую плотность, как указано в п. 2.3.1.

Раствор восьмой мерной колбы, в которую помещены все реактивы, за исключением стандартного раствора, служит раствором сравнения.

По полученным значениям оптической плотности растворов и соответствующему им содержанию железа строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю железа (X) в процентах, определенную по градуировочному графику, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100,$$