

**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 рН 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 надсернистый по ГОСТ 20478—75, 25 % -ный све-  
жеприготовленный раствор.

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

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

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

Промывная жидкость: к 1 дм<sup>3</sup> раствора сернистого аммония  
приливают 2 см<sup>3</sup> аммиака.

Алюминий металлический.

Алюминий хлористый, 0,1 % -ный раствор по алюминию: навес-  
ку алюминия массой 0,5 г растворяют при нагревании в 100 см<sup>3</sup>  
соляной кислоты (1:1). После растворения навески раствор перено-  
сят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают водой до  
метки и перемешивают.

Железо карбонильное.

Стандартные растворы железа:

раствор А: 0,5000 г карбонильного железа растворяют в 20 см<sup>3</sup>  
соляной кислоты (1:1), окисляют азотной кислотой, раствор пере-  
водят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, охлаждают, доливают  
водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация железа в растворе А равна 0,001 г/см<sup>3</sup>;  
раствор Б: 20 см<sup>3</sup> стандартного раствора А разбавляют водой в  
мерной колбе вместимостью 200 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Массовая концентрация железа в растворе Б равна 0,0001 г/см<sup>3</sup>.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску пробы массой 0,25 г помещают в колбу вмести-  
мостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 50 см<sup>3</sup> разбавленной серной кислоты  
и растворяют при нагревании. После растворения навески к рас-  
твору добавляют 1—2 см<sup>3</sup> азотной кислоты, 10 см<sup>3</sup> раствора хло-  
ристого алюминия при массовой доле железа до 0,5 % и 3—5 см<sup>3</sup>  
— при массовой доле железа свыше 0,5 % и выпаривают до появ-  
ления паров серной кислоты. Затем содержимое колбы охлаждают,  
приливают 200 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения сернистых  
солей хрома. К горячему раствору осторожно приливают 10 см<sup>3</sup>  
раствора азотнокислого серебра, 50 см<sup>3</sup> раствора надсернистого  
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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Аликвотную часть раствора, равную 10 см<sup>3</sup>, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 40 см<sup>3</sup> воды, 20 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, добавляют 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> каждая помещают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 и 4,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды, 20 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, перемешивают, добавляют 10 см<sup>3</sup> 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

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

где  $m_1$  — масса железа в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г;

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

2.4.2. Массовую долю железа ( $X_1$ ) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C(D - D_2)}{D_1 - D_2},$$

где  $C$  — массовая доля железа в стандартном образце, %;

$D$  — оптическая плотность анализируемого раствора металлического хрома;

$D_1$  — оптическая плотность раствора стандартного образца;

$D_2$  — оптическая плотность раствора контрольного опыта.

2.4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля железа, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,30 до 0,50 включ.	0,03
Св. 0,5 » 1,0 »	0,05
» 1,0 » 1,5 »	0,06

### 3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на распылении раствора в пламя воздух—ацетилен и измерении абсорбции железа при длине волны 248,4 нм.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Баллон с ацетиленом.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Железо карбонильное.

Хром электролитический.

Стандартный раствор железа: 0,4000 г карбонильного железа растворяют в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, окисляют азотной кислотой, выпаривают до влажных солей. Соли растворяют в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Массовая концентрация железа в растворе равна 0,0004 г/см<sup>3</sup>.

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску пробы массой 0,2 г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и нагревают до растворения. Затем по каплям приливают азотную кислоту, дают в избыток еще 2 см<sup>3</sup> и выпаривают до появления паров серной кислоты. После охлаждения стенки колбы обмывают небольшим количеством воды и вновь выпаривают до появления паров серной кислоты. Приливают 30 см<sup>3</sup> воды и, нагревая, растворяют соли, охлаждают, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

3.3.2. Раствор контрольного опыта готовят согласно п. 3.3.1 с добавлением 0,2 г электролитического хрома.

#### 3.3.3. Построение градуировочного графика

В семь из восьми колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> отбирают 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 и 8,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора железа, что соответствует 0,0004; 0,0008; 0,0012; 0,0016; 0,0020; 0,0024 и 0,0032 г железа.

В восьмую колбу стандартный раствор железа не отбирают. Во все восемь колб добавляют по 0,2 г электролитического хрома, по 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1.

3.3.4. Атомную абсорбцию железа измеряют параллельно в растворе пробы, контрольного опыта, в растворе для построения градуировочного графика и растворе стандартного образца при длине волны 248,4 нм в пламени воздух—ацетилен.

Градуировочный график строят по результатам, полученным после вычитания значения абсорбции раствора, не содержащего стандартного раствора железа, из значений абсорбций растворов, содержащих стандартный раствор, и соответствующему им содержанию железа.

После вычитания значения абсорбции раствора контрольного опыта из значения атомной абсорбции раствора пробы находят концентрацию железа в растворе пробы по градуировочному графику или методом сравнения по стандартному образцу металлического хрома, близкому по составу к анализируемой пробе и проведённому через весь ход анализа.

### 3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{c \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где  $c$  — концентрация железа в растворе анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески, г.

3.4.2. Массовую долю железа ( $X_1$ ) в процентах, определенную методом сравнения, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C(D - D_2)}{D_1 - D_2},$$

где  $C$  — массовая доля железа в стандартном образце, %;

$D$  — оптическая плотность анализируемого раствора хрома металлического;

$D_1$  — оптическая плотность раствора стандартного образца;

$D_2$  — оптическая плотность раствора контрольного опыта.

3.4.3. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.