

**ФЛЮСЫ СВАРОЧНЫЕ ПЛАВЛЕННЫЕ****Методы определения оксида железа (III)**

Melted welding fluxes.

Methods of iron oxide (III) determination

**ГОСТ  
22974.6—85**

Взамен

**ГОСТ 22974.4—78**

ОКСТУ 0809

**Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20 декабря 1985 г. № 4474 срок действия установлен**

с 01.01.87

до 01.01.94**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения оксида железа (III) (при массовой доле оксида железа (III) от 0,10 до 10,0 %), титриметрический комплексометрический метод определения оксида железа (III) (при массовой доле оксида железа от 0,50 до 20,0 %) и атомно-абсорбционный метод определения оксида железа (III) (при массовой доле от 0,10 до 10,0 %).

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22974.0—85.

**2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
ОКСИДА ЖЕЛЕЗА (III)****2.1. Сущность метода**

Ионы железа (III) образуют с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде рН 8—12 комплексное соединение, окрашенное в желтый цвет. В присутствии большого избытка сульфосалициловой кислоты ионы титана дают бесцветные комплексы. Влияние марганца устраняется добавлением в раствор солянокислого гидроксилamina. Оптическую плотность раствора измеряют на фото-

электроколориметре с синим светофильтром или спектрофотометре при длине волны 430 нм.

## 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

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

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478—78, раствор с массовой концентрацией 0,2 г/см<sup>3</sup>.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой концентрацией 0,1 г/см<sup>3</sup>.

Бумага конго.

Железо карбонильное.

Стандартные растворы оксида железа (III).

Раствор А: 0,6995 г карбонильного железа растворяют при нагревании в 30 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1). После полного растворения навески раствор окисляют несколькими каплями азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают. Раствор А с массовой концентрацией 0,001 г/см<sup>3</sup> оксида железа (III).

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают. Раствор Б с массовой концентрацией 0,0001 г/см<sup>3</sup> оксида железа (III).

## 2.3. Проведение анализа

2.3.1. После разложения флюса по ГОСТ 22974.1—85 аликвотную часть раствора 10—50 см<sup>3</sup> (в зависимости от массовой доли оксида железа (III) во флюсе) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора солянокислого гидроксиламина, 10 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, нейтрализуют аммиаком по бумаге конго и в избыток аммиака 10 см<sup>3</sup>, доводят водой до метки и перемешивают. Через 5—10 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 430 нм или на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром в кювете с толщиной слоя 30 мм.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Массу оксида железа (III) находят по градуировочному графику.

### 2.3.2. Построение градуировочного графика

В десять мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> каждая помещают 1; 2; 4; 6; 8; 10; 12; 14; 16 и 18 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008; 0,0010; 0,0012; 0,0014; 0,0016 и 0,0018 г оксида железа (III). В

одиннадцатую колбу, используемую для приготовления раствора сравнения, вносят 10 см<sup>3</sup> воды. Приливают 10 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты и далее ведут анализ по п. 2.3.1.

#### 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю оксида железа (III) ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $m$  — масса оксида железа (III), найденная по градуировочному графику, г;

$m_1$  — масса навески флюса, соответствующая аликвотной части раствора, г.

2.4.2. Абсолютные допусковые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать значений, приведенных в таблице.

Массовая доля оксида железа (III), %	Абсолютные допусковые расхождения, %
От 0,10 до 0,20 включ.	0,03
Св. 0,20 » 0,40 »	0,04
» 0,40 » 0,80 »	0,06
» 0,80 » 2,00 »	0,08
» 2,00 » 5,00 »	0,15
» 5,00 » 10,00 »	0,20
» 10,0 » 20,0 »	0,3

### 3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА (III) (ДЛЯ ФЛЮСОВ, НЕ СОДЕРЖАЩИХ ОКСИДА ЦИРКОНИЯ)

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на титровании ионов трехвалентного железа раствором трилона Б при pH 1—2. В качестве индикатора применяют сульфосалициловую кислоту.

#### 3.2. Растворы и реактивы

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78, раствор с массовой концентрацией 0,5 г/см<sup>3</sup>.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478—78, раствор с массовой концентрацией 0,2 г/см<sup>3</sup>.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,025 моль/дм<sup>3</sup>: 4,65 г трилона Б растворяют в 300 см<sup>3</sup> воды. Раствор отфильтровывают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

Индикаторная универсальная бумага.

Стандартный раствор оксида железа готовят по п. 2.2.

### 3.3. Проведение анализа

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1—85 аликвотную часть раствора 25—50 см<sup>3</sup> помещают в стакан вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>, раствором уксуснокислого натрия устанавливают по универсальной индикаторной бумаге рН 1—2, приливают 10—15 капель сульфосалициловой кислоты, нагревают до 60—70 °С и медленно титруют раствором трилона Б до перехода окраски из красно-малиновой в лимонно-желтую.

### 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю оксида железа (III) ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{V \cdot C \cdot 100}{m},$$

где  $V$  — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, г;

$C$  — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в г/см<sup>3</sup> оксида железа;

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

Массовую концентрацию трилона Б устанавливают по стандартному раствору А оксида железа (III), как указано в п. 3.3.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать значений, приведенных в таблице.

## 4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА (III)

### 4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении степени поглощения резонансного излучения свободными атомами железа, образующимися в результате распыления анализируемого раствора в пламя ацетилен—воздух.

### 4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрофотометр с пламенным атомизатором.

Лампа с полым катодом для определения железа.

Ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457—75.

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

Стандартный раствор оксида железа (III); готовится как указано в п. 2.2.

### 4.3. Подготовка к анализу

Перед работой настраивают спектрофотометр на резонансную линию 248,3 нм.

#### 4.4. Проведение анализа

После разложения флюса по ГОСТ 22974.1—85 5—25 см<sup>3</sup> раствора (в зависимости от массовой доли оксида железа (III)) переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, прибавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), доливают до метки водой и перемешивают.

Распыляют в пламя раствор контрольного опыта, а затем анализируемый раствор.

Перед введением в пламя каждого раствора распыляют воду для промывания системы и проверки нулевой точки.

#### 4.5. Построение градуировочного графика

В десять мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0 и 9,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005; 0,0006; 0,0007; 0,0008 и 0,0009 г оксида железа (III), добавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), доливают водой до метки и перемешивают.

Растворы распыляют в порядке увеличения абсорбции. Перед распылением каждого раствора распыляют воду.

#### 4.6. Обработка результатов

Из среднего значения абсорбции каждого из анализируемых растворов вычитают среднее значение абсорбции контрольного опыта.

Массу (г) оксида железа (III) в испытуемом растворе находят по градуировочному графику.

4.6.1. Массовую долю оксида железа (III) (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $m_1$  — масса оксида железа (III), найденная по градуировочному графику, г;

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

4.6.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должны превышать значений, приведенных в таблице.