

# Zinc Alloys

## ЛИСТ ДАННЫХ

### Protedur<sup>®</sup> Plus

Щелочной электролит для осаждения сплава цинк-железо  
IMDS-No.: 213579

Издание 9 от 25.04.2003  
Заменяет 8 от 10.08.2001  
01-8002-08

#### Содержание

Protedur <sup>®</sup> Plus .....	1
Описание процесса.....	2
Оборудование .....	2
Приготовление раствора для подвесочных/барабанных линий .....	3
Рабочий режим .....	4
Эксплуатация раствора .....	4
Применение.....	5
Содержание железа в осадке .....	5
Простои в производственном процессе .....	5
Система растворения цинка .....	6
Оборудование и проведение процесса .....	6
Рекомендации по очистке стоков .....	7
Работа лаборатории.....	8
Измерение содержания железа в осадке .....	8
Указания по анализу	
Определение цинка в щелочных растворах цинк-железо .....	10
Определение гидроксида натрия (общ.) в щелочных растворах цинк-железо .....	12
Определение карбоната натрия методом титрования в щелочных растворах цинк-железо ...	16
Определение железа в Protedur Plus применяя УФ/VIS спектроскопию .....	18
Определение железа в Protedur Plus с атомно-адсорбционным спектрометром .....	21

All recommendations and suggestions appearing in these instructions concerning the use of our products are based upon tests and data believed to be reliable. However, as the actual use of our products by others is beyond our control, no guarantee, expressed or implied, is made as to the effects of such use, or the results to be obtained whether the use of our products is made in accordance with recommendations or suggestions contained in these instruction or otherwise. Furthermore, information on the use of our products is not to be construed as recommendation to use such products in the infringement of any patent.

Atotech Deutschland GmbH  
Postfach 21 07 80  
Erasmusstraße 20 - 24  
D-10507 Berlin 21  
Telefon (30) 349 85 0  
Telefax (30) 349 85 777

## Процесс

- ⇒ Раствор **Protedur Plus** – это щелочной электролит для осаждения покрытия цинк-железо, отличающегося высокой коррозионной стойкостью, применяемый на подвесочных и барабанных линиях для покрытия деталей массового производства.
- ⇒ Осадок отличается однородным блеском.

## Оборудование

<b>Ванны</b>	Изготовленные из мягкой стали, с резиновой (ПВХ, полиэстером, полиэтиленом, полипропиленом)
<b>Выпуск</b>	Желательно.
<b>Перемешивание</b>	Желательно: механическое перемешивание (1 - 2 м/мин)
<b>Скорость вращения барабана</b>	2 – 8 об./мин
<b>Аноды</b>	Рекомендуются стальные аноды.  Соотношение площадей анода и катода – не больше чем 1 : 4 – 1 : 2. Нужен резервуар для растворения цинка , описание см. в стр. 6.
<b>Фильтрация</b>	Требуется; 2 – 3 объема/ час; помещается между разделом растворения и главной ванны осаждения покрытия; фильтр - 10 – 20 мкм.
<b>Охлаждение/Нагрев</b>	Слитки железа; графит; титан; ПТФЭ Нужно при загрузке ванны от 0.6 А/л и более.

### Состав раствора для подвесочных/барабанных линий осаждения

Для 100 л раствора	Литры	кг
Вода	Прим. 86.0	Прим. 86.0
Окись цинка, 99.5 % *		1.25
Гидроокись натрия (тх)		12.0
<b>Protedur Plus Make-up Salt (соль)</b>		2.5
<b>Protedur Plus Replenisher (пополнитель)</b>	0.1	0.12
<b>Protedur Plus Additive (добавка)</b>	0.14	0.15
<b>Protedur Plus Grain Refiner (очиститель)</b>	0.6 – 1.0	0.63 – 1.05

\*макс. 0.002% - Pb; макс. 0.0005% - Cd; макс. 0.005% - S.

⇒ Для получения лучшего результата рекомендуем приготовление **Protedur Plus** электролита для осаждения сплава делать в чистой стальной ванне, футерованной резиной.

Применяя ванны из другого материала, убедитесь что они достаточно теплоустойчивы.

⇒ В ванну наливают прим. ¼ количества воды, которое требуется для приготовления раствора. При энергичном и интенсивном помешивании добавляют окись цинка и гидроокись натрия. Перемешивание продолжают до полного растворения солей. Во время растворения, раствор нагревается до темп. 80 – 90 °С, такая температура нужна для растворения окиси цинка.

⇒ В ванну наливают остаточное количество воды и оставляют до охлаждения до комнатной температуры.

⇒ Электролит можно приготовить и с **Zinc Base Electrolyte**.

⇒ Введите следующие добавки (при комнатной температуре раствора) в ниже данной последовательности при энергичном помешивании:

**Protedur Plus Make-up Salt**

**Protedur Plus Replenisher**

**Protedur Plus Additive**

**Protedur Plus Grain Refiner**

**ВАЖНО : При работе с Protedur Plus, всегда соблюдайте правила работы с каустиковыми щелочными растворами.**

Номинальная величина, г/л	Подвесочная линия	Массовое производство мелких деталей
Цинк	10.0 (8.0 – 12.0)	10.0 (8.0 – 12.0)
Гидроокись натрия	120 (100 – 145) г/л	120 (100 – 145) г/л
Железо	50 (40 – 80) мг/л	50 (40 – 80) мг/л

- ⇒ При осаждении покрытия на подвесочных линиях, соотношение содержания цинк : гидроокись натрия ни в коем случае не может быть ниже 1 : 12.
- ⇒ Если содержание цинка увеличивается, превышая вышеупомянутый уровень, рассеивающая способность нарушается и возникает опасность появления пригаров.

### Рабочий режим

<b>Плотность</b>	1.15 г/см <sup>3</sup> при 20 °С
<b>Температура</b>	24 °С (18 – 26 °С)
<b>Напряжение</b>	2 – 8 V – для подвесок 6 – 12 V – для барабанов
<b>Плотность тока (катодная)</b>	2 А/дм <sup>2</sup> (1 - 3 А/дм <sup>2</sup> ) для подвесок 0.7 А/дм <sup>2</sup> (0.5 – 1.0 А/дм <sup>2</sup> ) для осажд. покрытия в барабанах, в зависимости от общей площади поверхности покрываемых деталей
<b>Выход по току</b>	50 – 90% при 10 г/л цинка и при темп. 22 – 25 °С. Выход по току повышается так: Увеличением содержания цинка Интенсивным помешиванием электролита Понижением содержания карбоната. Излишек <b>Protedur Plus Grain Refiner (очистителя)</b> уменьшает выход по току.

### Корректировка ванны

Для 10.000 А ч (в зависимости от требований к плотности тока) нужно:

Для покрытия на подвесках	Литры
<b>Protedur Plus Grain Refiner</b>	2.5 (2.0 – 3.0)
<b>Protedur Plus Additive</b>	0.8 (0.4 – 1.0)
<b>Protedur Plus Replenisher</b>	0.5 (0.5 – 1.0)

Для массового п-ва мелких деталей	Литры
<b>Protedur Plus Grain Refiner</b>	2.0 (1.5 – 3.0)
<b>Protedur Plus Additive</b>	0.4 (0.3 – 0.6)
<b>Protedur Plus Replenisher</b>	1.0 (0.5 – 1.5)

Если соотношение Zn : NaOH падает ниже 1 : 12, надо пополнить добавлением гидроокиси натрия. Пополнение солью **Protedur Plus Make-up Salt** зависит от выноса при осаждении покрытия в барабанах.

Для увеличения содержания железа на 10 мг/л, добавьте 0.2 мл/л **Protedur Replenisher**. Повышение содержания железа с помощью **Protedur Replenisher (пополнитель)** всегда проводят постепенно, порциями по 10 мг/л Fe.

## Проведение процесса

### Процедура

- ⇒ После обработки в электролите сплава **Protedur Plus**, деталь тщательно промывают для уменьшения излишнего выноса щелочей. После этого деталь подвергается хроматированию
- ⇒ Дополнительное активирование в соляной или азотной кислоте перед хроматированием не обязательно.
- ⇒ Для хроматирования покрытия цинк-железо рекомендуем целую гамму наших продуктов - **Tridur, Escopass или Rodip**.

**При массовом производстве мелких деталей, особенно важно чтобы корпус барабана был полностью погружен в ванну с жидкостью во время всего процесса осаждения покрытия. Это необходимо для предотвращения возможности образования газа оксигорода (детонирующий газ), который в определенных условиях ведет к разрушению барабана.**

**После пользования, барабаны и потускневшие панели надо тщательно промыть чтобы все остатки щелочей были удалены. Если промывка будет не очень тщательной, оставшийся аморфный осадок цинка может загореться во время последующей сушки.**

## Содержание железа в осадке

- ⇒ Содержание железа в осадке должно быть 0.5 % (0.4 – 0.8 %).
- ⇒ Оптимальная коррозионная защита достигается именно в этом диапазоне.

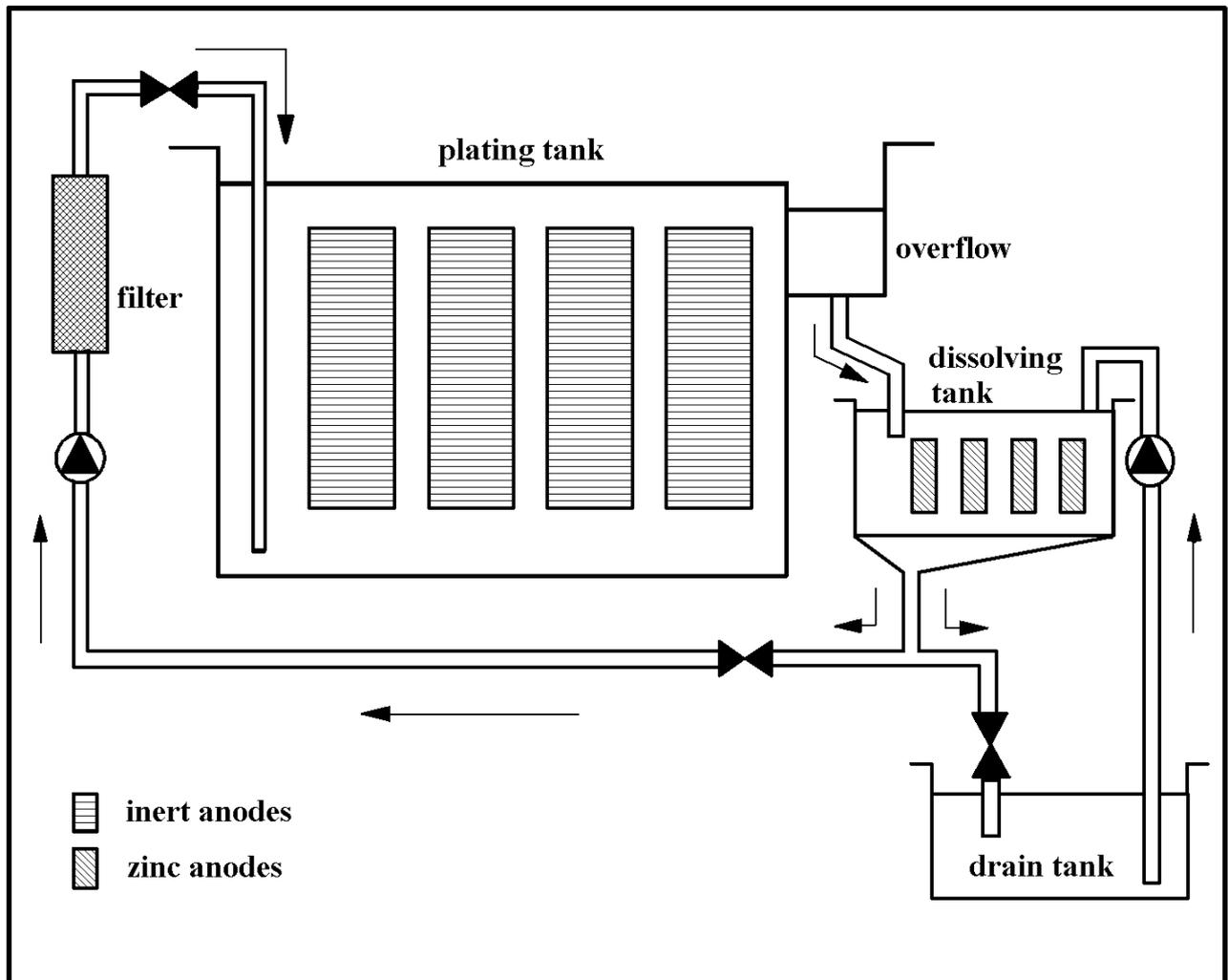
### Содержание Fe в осадке повышается по следующим причинам:

- ⇒ Завышена концентрация железа в электролите
- ⇒ Занижена концентрация цинка в электролите
- ⇒ Слишком медленное перемешивание во время процесса осаждения
- ⇒ Завышено содержание карбоната.
- ⇒ Завышена температура.

## Простой в производственном процессе

После продолжительного простоя, **Protedur Plus Grain Refiner (очиститель)** может быть надо будет пополнить (в зависимости от результатов, полученных в ячейке Гулла).

### Система растворения цинка



### Указания по применению

- ⇒ Объем емкости растворения: 15 - 20 % ванны осаждения покрытия.
- ⇒ Мощность фильтрования: 1 - 3 объема/час.
- ⇒ Фильтрующая установка размещается между резервуаром растворения цинка и ванной осаждения покрытия (см. схему).
- ⇒ Цинк (т.е. цинковые шарики или куски) помещают в железные корзины и помещают в резервуар растворения.
- ⇒ Убедитесь, что цинк (метал) в резервуаре для растворения цинка был бы хорошо погружен в раствор для осаждения покрытия.
- ⇒ Надо проверить достаточно ли поверхность цинка и обеспечивает ли она нужную концентрацию в растворе.
- ⇒ Если производственный процесс приостанавливается на относительно долгое время, раствор надо при помощи насоса удалить из емкости в запасной резервуар для предотвращения ненужного роста концентрации цинка.
- ⇒ После этого куски цинка в корзинах надо тщательно промыть.

## Рекомендации по очистке сточных вод

### Промывочные воды

Доводят воду до рН от 8.5 - 9.5. Затем добавляют небольшое количество раствора сульфида натрия (10%), пока получается небольшой избыток сульфида. Результат хороший, когда бумага ацетата свинца приобретает коричневый оттенок.

### Концентраты

Когда надо обработать концентраты, мы рекомендуем метод, применение которого обеспечивает достижение установленных допустимых пределов тяжелых металлов в стоках (в Германии).

Концентраты разбавляют промывочной водой, соотношение - 1 : 5, подкисляют до рН от 5 до 6. Тогда добавляют раствор сульфида натрия, пока метка потенциометра показывает значительный скачок потенциала или пока бумага ацетата свинца приобретает коричневый оттенок.

Тогда известковым раствором рН доводят до 9. рН можно менять и с помощью смеси растворов гидроокиси натрия и кальция хлористого. (5 л 10% раствора кальция хлористого + 95 л раствора гидроокиси натрия)

Затем добавляют раствор железа(III) хлористого(прим. 10% конц.), а рН доводят до 9, а после этого добавляют подходящий органический сульфид (напр. Sediganth C).

Добавлять надо, пока продолжается осаждение (выпадение осадка). Каждая ступень обработки проводится при энергичном перемешивании растворов.

И в конечной степени обработки необходимо обеспечить достаточную флокуляцию добавлением флокулянта (мы рекомендуем Полиакриламид/анионное вещество, молярная масса – от 4 - 6 млн.).

После добавления флокулянта раствор надо перемешивать, но недолго, затем оставить для осаждения, чтобы было легче фильтровать осадок.

Фильтрат, после обработки в пресс-фильтре, ни в коем случае нельзя позволять опять перемешиваться с ионами металлов.

**ВАЖНО : Необходимо придерживаться правил и соблюдать предельные нормы загрязняющих веществ, установленные местными властями и установленные нормы и правила работы с опасными веществами.**

**Продукты Atotech, которые требуются для составления раствора и корректировки:**  
**Protedur Plus Make-Up Salt**  
**Protedur Plus Replenisher**  
**Protedur Plus Additive**  
**Protedur Plus Grain Refiner**

### Работа в лаборатории

Protedur Plus Additives	Концентрация	Влияние (эффект)
<b>Соль приготвл. раствора</b>	25 г/л ( 20 – 30 г/л) нужно только для приготовления раствора или при большом выносе	⇒ <b>задерживает в растворе железо</b>
<b>Пополнитель</b>	1.0 мл/л (0.8 – 1.2 мл/л) 0.2 мл/л $\cong$ 10 мг/л Fe  Добавляют по показаниям амперметра и результатам анализа	⇒ <b>обеспечивает железом</b>  ⇒ <b>содержание железа в осадке влияет на цвет черной пассивационной пленки и на коррозионную стойкость</b>
<b>Добавка</b>	1.4 мл/л (0.8 – 2.0 мл/л) Добавляют по показаниям амперметра и результатам анализа	⇒ <b>повышает блеск и рассеивающую способность</b>
<b>Очиститель</b>	6.0 мл/л – 10.0 мл/л Добавляют по показаниям амперметра и измерению распределения толщины слоя покрытия на пластине в ячейке Гулла	⇒ <b>улучшает распределение покрытия по толщине</b>

### Измерение содержания железа в осадке

Влияющие факторы	Концентрация	Эффект на
⇒ Содержание цинка ⇒ Содержание железа ⇒ Механическое или электролитическое перемешивание ⇒ Содержание $\text{Na}_2\text{CO}_3$	0.5 % (0.4 – 0.8 %) определяют при помощи анализа раствора	⇒ <b>Цвет черной хроматной пассивационной пленки (от зеленого радужного до черной сажи)</b>

⇒ Температура		⇒ <b>Коррозионная стойкость</b>
		⇒

# УКАЗАНИЯ ПО ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗОВ

## Определение концентрации цинка в щелочных растворах для осаждения сплава Zn-Fe

Издание 3 от 10.08.2000  
Заменяет издание 2 от 30.04.1999  
(Пересмотрено и издано ---)  
01-8054-18

### Нужные реагенты\*:

- ⇒ Аммиак, концентрированный, плотность = 0.91
- ⇒ Буферный раствор: 55 г аммиака хлористого и 350 мл аммиака, концентрированного, до веденного до объема 1 л
- ⇒ Смесь индикатора метил тимола голубого: карбонат натрия голубого перемешивают с нитратом калия, соотношение - 1 : 100.
- ⇒ Эталонный раствор EDTA, 0.05 М (EDTA = трилон Б)
- ⇒ Формалин, 37%

**Процедура:**

- ⇒ Налейте 10 мл\*\* электролита в мерную колбу объемом 100 мл. Доведите до отметки нужного объема дистиллированной водой и тщательно перемешайте.
- ⇒ Поместите 25,0 мл этого раствора (содержит 2,5 мл электролита) в стакан Эрленмейера. Затем добавляйте в стакан следующие компоненты в нижеизложенном порядке:  
200 мл дистиллированной воды  
10 мл концентрированного аммиака  
20 мл буферного раствора  
индикаторной смеси (на кончике шпателя)
- ⇒ Раствор теперь приобретает светло голубой оттенок. Надо сразу же начинать титрование.
- ⇒ Титруют с эталонным ЭДТА раствором, 0.05 М, пока цвет раствора из голубого превращается в бесцветный, или светло серый. Титровать надо очень медленно и осторожно, так как цвет меняется очень быстро.
- ⇒ Если цвет титруемого раствора не меняется, можно предполагать, что электролит содержит цианиды. В таком случае надо приготовить еще одну пробу, также как и первую, но в стакан надо добавить один дополнительный компонент - формалин - прим. 1 мл, после того, как добавили 10 мл аммиака, 20 мл буферного раствора и индикаторной смеси. Титруют эталонным ЭДТА раствором, 0.05 М, также как и в первом случае.

Запишите, сколько миллилитров ЭДТА раствора потребовалось для титрования\*\*\*, 0.05 М. Это число умножают на коэффициент 1,3. Полученный результат - содержание цинка в электролите, г/л.

**Образец:**

Для титрования 2,5 мл электролита потребовалось:

5,6 мл 0.05 М эталонного раствора ЭДТА

**Расчет:**  $5.6 \cdot 1.3 = 7.3$  г/л цинка

**ВАЖНО : Соблюдайте все местные требования и установленные нормы на выбросы загрязняющих веществ а также общие требования к работе с опасными веществами!**

\* Если не указано по другому, всегда используются вещества "чда".

\*\* Объемы с точностью до одной десятой должны всегда измеряться мерной пипеткой.

\*\*\* Для расчетов допускается что коэффициент титрованных растворов - 1,000, поэтому в примерах он не указывается.

# УКАЗАНИЯ ПО ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗОВ

## Определение гидроокиси натрия<sub>общ.</sub> в щелочных электролитах для осаждения сплава Zn-Fe

Издание 3 от 10.08.2000  
Заменяет издание 2 от 30.04.1999  
(Пересмотрено и издано ---)  
01-8053-18

### Нужные реагенты\*:

- ⇒ Раствор гексацианоферата(II) калия (44 г/л  $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3 H_2O$ )
- ⇒ Раствор бария хлористого, 1 М (244 г/л  $BaCl_2 \cdot 2 H_2O$ )
- ⇒ Раствор фенофталеинового индикатора, 1%-ый, спиртовый
- ⇒ Эталонный раствор соляной кислоты, 0.5 М

## Процедура

- ⇒ 10.0 ml\*\* раствора наливают в мерную колбу, объем -100 мл, деионизированной водой доводят до нужного объема и тщательно перемешивают.
- ⇒ 25,0 мл разбавленного раствора помещают в 250 мл стакан Эрленмейера (= 2.5 мл первичного электролита).
- ⇒ Еще раз разбавляют, добавляя 100 мл дистиллированной воды.
- ⇒ Добавляют 10 мл раствора бария хлористого, 1 М.
- ⇒ Разделите на 4 число г/л, которым выражается содержание цинка в электролите. Добавьте число, которое незначительно выше этого коэффициента, раствора гексацианоферрата(II) калия, в мл.
- ⇒ Добавьте несколько капель раствора индикатора фенофталеина.
- ⇒ После тщательного взбалтывания, титруйте стандартным раствором соляной кислоты, 0.5 М, пока раствор станет бесцветным.

Запишите количество в мл стандартного раствора соляной кислоты\*\*\*, 0,5 М, которое потребовалось для титрования. Умножьте это число на коэффициент 8.0. Полученный результат и будет содержание гидроокиси натрия в электролите в г/л.

## Пример:

Для титрования 2,5 мл электролита цинкования, по описанию выше, потребовалось 12,7 мл раствора соляной кислоты, 0.5 М

## Расчеты:

$$12.7 \cdot 8.0 = 101,6 \text{ г/л гидроокиси натрия (общ.)}$$

**ВАЖНО : Соблюдайте все местные требования и установленные нормы на выбросы загрязняющих веществ, а также общие требования к работе с опасными веществами!**

\* Если не указано по другому, всегда используются вещества "чда".

\*\* Объемы с точностью до одной десятой должны всегда измеряться мерной пипеткой.

\*\*\* В расчетах допускается, что коэффициент титрованных растворов - 1,000, поэтому в примерах он не учитывается.

# УКАЗАНИЯ ПО ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗОВ

## Определение карбоната натрия методом прямого титрования в щелочных растворах для осаждения Zn-Fe

Издание 3 от 10.08.2000  
Заменяет издание 2 от 30.04.1999  
(Пересмотрено и издано ---)  
01-8052-18

### Нужные реагенты\*:

- ⇒ Раствор гексацианоферрата калия (II) solution (44 г/л  $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3 H_2O$ )
- ⇒ Раствор фенофталеинового индикатора, 1%-ый спиртовый
- ⇒ Эталонный раствор соляной кислоты, 0.5 М

### Процедура:

- ⇒ 10,0 мл\*\* раствора помещают в 100 мл мерную колбу, доводят до нужного объема деионизированной водой и тщательно перемешивают.
- ⇒ 25,0 мл разбавленного раствора вливают в стакан Эрленмейера (=2,5 мл изначального электролита).
- ⇒ Еще раз разбавляют добавлением 100 мл дистиллированной воды.
- ⇒ Добавляют 10 мл раствора бария хлористого, 1 М.
- ⇒ Разделите на 4 число г/л, которым выражается содержание цинка в электролите. Добавьте число, которое незначительно выше этого коэффициента, раствора гексацианоферрата(II) калия, в мл.
- ⇒ Добавьте несколько капель раствора индикатора фенофталеина.
- ⇒ После тщательного взбалтывания, титруйте стандартным раствором соляной кислоты, 0.5 М, пока раствор станет бесцветным.

⇒ Запишите число миллилитров, которое потребовалось для титрования. Отнимите из этого числа количество (мл) стандартного раствора соляной кислоты, 0.5 М, которое потребовалось для титрования при определении гидроксида (описание - в Разделе 2, выше).

Разницу умножить на 21,2. Результат этого умножения<sup>\*\*\*</sup> - содержание карбоната натрия в растворе, г/л.

### Пример:

Для титрования 2,5 мл раствора потребовалось следующее количество:

14,9 мл 0.5 М эталонного раствора соляной кислоты

Для титрования гидроксида 2,5 мл раствора потребовалось следующее количество:

12.7 мл 0.5 М эталонного раствора соляной кислоты

### Расчеты:

	14,9 мл эталонного раствора соляной кислоты, 0.5 М (потребовалось для
	определения гидроксида и карбоната)
-	12.7 мл of эталонного раствора соляной кислоты, 0.5 М (для гидроксида)
=	2,2 мл эталонного раствора соляной кислоты, 0.5 М (требуется для карбоната)

**2.2 • 21.2 = 46.6 г/л = содержание карбоната натрия**

**ВАЖНО : Соблюдайте все метсные требования и установленные нормы выбросов загрязняющих веществ, а также общие требования к работе с опасными веществами!**

\* Если не указано по другому, всегда используются вещества "чда".

\*\* Объемы с точностью до одной десятой должны всегда измеряться мерной пипеткой.

\*\*\* В расчетах допускается, что коэффициент титрованных растворов - 1,000, поэтому в примерах он не учитывается.

# УКАЗАНИЯ ПО ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗА

## Определение фотометрическим методом железа в покрытии сплавом Zn-Fe

Издание 3 от 10.08.2000  
Заменяет издание 2 от 30.04.1999  
(Пересмотрено и издано ---)  
01-8060-18

### Нужные реагенты:\*

- ⇒ Соляная кислота, 1 М (83 мл/л концентрированной HCl, уд.вес = 1,19 г/см<sup>3</sup>)
- ⇒ Соляная кислота, 5 М (414 мл/л концентрированной HCl, уд.вес = 1,19 г/см<sup>3</sup>)
- ⇒ Раствор перманганата калия, 0.02 М (3,161 г/л KMnO<sub>4</sub>; 0.02 М KMnO<sub>4</sub> = 0.1 N KMnO<sub>4</sub>)

### Процедура:

- ⇒ Возьмите пробы сплава Zn-Fe, осажденного на пластинки меди или латуни. Определите массу покрытия методом взвешивания пластинок латуни до и после осаждения покрытия, перед снятием покрытия и запишите разницу масс. Снимите покрытие в 15 мл раствора соляной кислоты, 1 М. Процедура снятия покрытия потребует несколько минут. Когда цвет из блестящего серого превращается в цвет меди или латуни, значит что процесс снятия покрытия завершен.
- ⇒ Жидкость поместите в 100 миллилитровую мерную колбу.
- ⇒ Вливайте раствор KMnO<sub>4</sub>, 0.02 М, осторожно, по капельке, пока цвет раствора станет бледно розовым. Тогда доведите раствор до нужного объема дистиллированной водой.
- ⇒ 50.0 ml\*\* этого раствора перелейте в другую 100 мл колбу.

- ⇒ Дополните эту колбу до отмеченной отметки соляной кислотой, 5 М.
- ⇒ Определите концентрацию железа фотометрическим методом, длина волны - 340 нанометров. Измерьте тушение в дистиллированной воде, в 1 см кювете.
- ⇒ Умножьте величину тушения на 4,15.
- ⇒ Результат умножения - это содержание железа в осадке, в миллиграммах.

**Образец:**

Измеренная величина тушения: 0.225

**Расчет:**

**$0.225 \cdot 4.15 = 0.934$  мг железа в осажденном покрытии**

**ВАЖНО: Во время всей процедуры соблюдайте требования к работе с опасными веществами.**

\* Если не указано по другому, всегда используется вещества чистоты "чда".

\*\* Объемы с точностью до одной десятой должны всегда измеряться мерной пипеткой.

# УКАЗАНИЯ ПО ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗА

## Для определения железа в Protedur Plus методом UV/VIS (УФ/вид.) спектроскопии

Издание 4 от 09.08.2001  
Заменяет издание 3 от 10.08.2000  
(Проверил и исправил г. Рослер)  
01-8002-18

### Принцип

Количество железа в **Protedur Plus** определяется как комплекс тиоцианата железа.

### Нужные реагенты\* и приборы

- ⇒ Деионизированная вода
- ⇒ Эталон железа Merck 1,000 г/л
- ⇒ Тиоцианат аммиака ( $\text{NH}_4\text{SCN}$  в деионизированной воде: 150 г/л)
- ⇒ Перекись водорода ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), 35 % р.А.
- ⇒ Ацетон, р.А.
- ⇒  $\text{HCl}$ , 37 %, р.А.
  
- ⇒ Мерная колба, емкость 50 мл
- ⇒ 1.00 мл пипетка Эппендорфа
- ⇒ UV/VIS спектрометр: Lambda 2S (Perkin Elmer)
- ⇒ Кюветы из кварцевого стекла (длина пути - 1 см)

## Рабочий режим UV/VIS спектрометрии

Кривая	линейная
Длина волны	480 нм
Форма	одноволновая

## Процедура

- ⇒ 2,0<sup>\*\*</sup> мл образца после фильтрования при помощи пипетки наливают в мерную колбу емкостью в 50 мл и перемешивают с 2 мл конц. соляной кислоты.
- ⇒ Образец затем выпаривают и перемешивают с 2 мл перекиси водорода, который добавляют небольшими порциями (**Внимание: Проба очень сильно вспенивается!**).
- ⇒ Приготовление пробы (варка) заканчивается как только весь H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> вываривается, а раствор приобретает прозрачно желтоватый оттенок.
- ⇒ После этого пробу охлаждают до комнатной температуры, добавляют 5 мл NH<sub>4</sub>SCN и
- ⇒ 20 мл ацетона и доводят до нужного количества деионизированной водой.
- ⇒ Тогда раствор опять тщательно перемешивают и дегазируют в течение 2 мин. ультразвуком.
- ⇒ Для расчета содержания железа надо использовать эталон раствора с известным содержанием железа.
- ⇒ **Эталон (50 мг/л железа):** 2,5 мл<sup>\*\*</sup> (1,000 г/л) эталона железа пипеткой наливают в мерную колбу емкостью в 50 мл и перемешивают с **Protedur Plus**, который не содержит железа.

2,0 мл<sup>\*\*</sup> этого эталонного раствора готовят по описанию, представленному выше. Для установки на нуль, надо приготовить заготовку (пустую) из 2 мл деионизированной воды и обработать таким же образом как и пробу.

## Оценка

Затухание раствора пробы и затухание эталонного раствора определяются фотометрическим методом и сравнением с затуханием пустой заготовки.

## Расчет

$$\text{х мг / л} = \frac{\text{Затухание (проба)} \bullet 50 \text{ мг/л}}{\text{Затухание (Эталон)}}$$

**ВАЖНО : Соблюдайте все метные требования и установленные нормы на выбросы загрязняющих веществ, а также общие требования к работе с опасными веществами!**

- \* Если не указано по другому, всегда используются вещества чистоты "чда".
- \*\* Объемы с точностью до одной десятой должны всегда измеряться мерной пипеткой.

# УКАЗАНИЯ ПО ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗА

## Для определения железа при помощи AAS(атомно-адсорбционной спектрометрии) в Protedur Plus

Издание 1 от 10.08.2001  
Заменяет издание ---  
(Проверен и издан г. Рослером)  
01-8002-23

### Принцип метода

Раствор распыляется и после атомизации в пламени воздуха/ацетелина затухание измеряется при определенной длине волны. Определение проводится методом наружной калибровки с водными эталонами.

### Нужны реагенты\* и оборудование

- ⇒ Эталон раствора железа ( $c_{Fe} = 1,000$  г/л; напр. Messrs. Kraft)
- ⇒ Азотная кислота, кон. (65 %), р.А.
- ⇒ Перекись водорода 35 %, р.А.
- ⇒ Деионизированная вода
  
- ⇒ Атомно-адсорбционный спектрометр  
(напр. Model 2100/4100 или AAnalyst 300 с блоком контроля и измерения от Messrs Perkin Elmer)
- ⇒ Горелка: воздух/ацетилен (головка горелки с одной щелью)

**Рабочие параметры:**

Ток лампы	30 mA	Смесь газа	воздух/ацетилен
Детектирование сигнала	высота сигнала	Поток газа	1,8 л/мин
Время интеграции:	1,0 с	Поток окислителя	7,5 л/мин
Повторения:	3	Длина волны:	248,3 нм
Поправка по фону	D <sub>2</sub> лампа	Ширина щели спектра:	0,2 нм

**Если применяется другой прибор, рабочие параметры корректируются соответственно.**

**Процедура:**

**Эталонны железа:**                S<sub>1</sub> = 2,0 мг/л  
    S<sub>2</sub> = 4,0 мг/л

Добавьте 1 мл HNO<sub>3</sub>, конц. в каждый эталонный раствор.

- ⇒ 2,0 мл <sup>\*\*</sup> пробы после фильтрования пипеткой наливают в мерную колбу емкостью 50 мл и перемешивают с 2 мл азотной кислоты.
- ⇒ Пробу испаривают кипением и перемешивают с 2 мл перекиси водорода, который наливают небольшими порциями (**Внимание: Проба очень сильно вспенивается!**).
- ⇒ Приготовление пробы (варка) заканчивается, когда H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> вываривается, а раствор становится прозрачным и приобретает желтоватый оттенок.
- ⇒ После охлаждения, пробу доводят до нужного объема деионизированной водой и измеряют с помощью атомно-абсорбционного спектрометра.

**Расчет**

Оценку делают при помощи программы (компьютера) методом наружной калибровки.

$$\frac{\text{AAS-Содержание}_{\text{Жел. (мг/л)}} \cdot \text{Объеммерная колба}}{\text{Кратный Проба (мл)}} = \text{Содержание железа, мг/л}$$

**ВАЖНО : Соблюдайте все местные требования и установленные нормы на выбросы загрязняющих веществ, а также требования к работе с опасными веществами!**

\* Если не указано по другому, всегда используют вещества класса "чда".

\*\* Объемы с точностью до одной десятой должны всегда измеряться мерной пипеткой.

