ГОСТ 29095—91

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ И ПОРОШКИ ЖАРОПРОЧНЫЕ, КОРРОЗИОННО-СТОЙКИЕ, ПРЕЦИЗИОННЫЕ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

БЗ 1—2004

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.245.001.4:006.354 Группа В39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ И ПОРОШКИ ЖАРОПРОЧНЫЕ, КОРРОЗИОННО-СТОЙКИЕ, ПРЕЦИЗИОННЫЕ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ

Методы определения железа

ГОСТ 29095—91

Nickel-based precision, corrosion-resistant, heat-resistant alloys and powders. Methods of iron determination

МКС 77.120.40
ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле железа от 0,05 % до 3 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле железа от 0,05 % до 20 %) методы определения железа.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения железа (II) с 1,10-фенантролином или с 2,2-дипиридилом при pH = 3—3,5. Масса железа составляет 40—150 мкг в 100 см^3 раствора.

Для восстановления железа применяют гидроксиламина гидрохлорид.

Железо от хрома, меди, никеля, кобальта отделяют осаждением аммиаком после окисления хрома и кобальта надсернокислым аммонием. Вольфрам отделяют в виде вольфрамовой кислоты.

2.2. Аппаратура, реактивы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1, 1:20.

Кислота азотная по ГОСТ 11125.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

Смесь кислот (I): 8 частей соляной кислоты смешивают с 1 частью азотной кислоты.

Смесь кислот (II): 3 части соляной кислоты смешивают с 1 частью азотной кислоты.

Аммоний-алюминий сернокислый (алюмоаммонийные квасцы) по ГОСТ 4238, раствор 50 г/дм^3: 50 г квасцов растворяют в 150—200 см^3 воды с добавлением 25 см^3 серной кислоты (1:1) и доливают водой до 1 дм^3.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 2,5 г/дм^3.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 250 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:20.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор 50 г/дм^3.

Бумага индикаторная универсальная.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм^3 свежеприготовленный.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор 500 г/дм^3.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1991
© ИПК Издательство стандартов, 2004

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 100 г/дм^3.

1,10-фенантролин, раствор 5 г/дм^3 в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3.

2,2-дипиридил (альфа, альфа-дипиридил), раствор 5 г/дм^3.

Железо карбонильное особо чистое.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 1 г карбонильного железа помещают в стакан и растворяют при слабом нагревании в 30 см^3 соляной кислоты. После полного растворения навески прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания и избыток 2—3 капли. Раствор нагревают до удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,001 г железа.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, прибавляют 50 см^3 соляной кислоты (1:1), доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,00001 г железа.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Масса навески пробы в зависимости от массовой доли железа приведена в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Масса навески, г	Аликвотная часть раствора, см^3	Масса навески в аликвотной части, г
От 0,05 до 0,15 включ.	0,5	20	0,1
Св. 0,15 » 0,3 »	0,5	10	0,05
» 0,3 » 1,0 »	0,2	10	0,02
» 1,0 » 3,0 »	0,1	5	0,005

2.3.2. Определение железа в сплавах, не содержащих вольфрам

Навеску сплава (табл. 1) помещают в стакан и растворяют при умеренном нагревании в 20—40 см^3 смеси кислот (I или II). Раствор охлаждают, приливают 15—20 см^3 серной кислоты (1:1) и выпаривают до паров серной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают до паров серной кислоты. Соли растворяют в 50—60 см^3 воды при нагревании и при массовой доле железа до 0,2 % прибавляют 3 см^3 алюмоаммонийных квасцов, раствор разбавляют горячей водой до 200—250 см^3.

К раствору пробы, содержащей хром, прибавляют 10 см^3 раствора азотнокислого серебра и нагревают почти до кипения. К горячему раствору осторожно приливают 15—45 см^3 раствора надсернокислого аммония, нагревают до полного окисления хрома и марганца, кипятят 3—5 мин до разрушения избытка надсернокислого аммония. К кипящему раствору прибавляют 5—10 см^3 раствора хлористого натрия и кипятят до полного восстановления марганцевой кислоты.

К раствору приливают раствор аммиака до выпадения осадка гидроокисей и избыток 5—10 см^3. Раствор с осадком осторожно доводят до кипения и выдерживают в теплом месте 5—10 мин до коагуляции осадка.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, стакан и осадок на фильтре промывают пять-восемь раз горячим раствором аммиака (1:20). Фильтрат отбрасывают. Осадок на фильтре растворяют в 30—50 см^3 горячей соляной кислоты (1:1) в стакане, в котором проводилось осаждение гидроокисей. Фильтр тщательно промывают горячей водой и отбрасывают.

В случае недостаточно полного отделения хрома и никеля от железа к раствору приливают 20—25 см^3 серной кислоты (1:1), выпаривают до паров серной кислоты и проводят повторное окисление хрома, осаждение и растворение гидроокисей, как указано выше.

Полученный раствор упаривают до 50—60 см^3, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора (табл. 1) помещают в стакан, приливают 3 см^3 раствора винной кислоты, 10 см^3 раствора гидроксиламина гидрохлорида. Раствор перемешивают, нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия до pH = 3—3,5 (по универсальной индикаторной бумаге) и прибавляют 2 см^3 его в избыток. Затем прибавляют 10 см^3 раствора 1,10-фенантролина или 10 см^3 раствора 2,2-дипиридила, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют через 1 ч при длине волны

510—520 нм относительно раствора сравнения. В качестве раствора сравнения используют аликвотную часть анализируемого раствора, в которую прибавляют все реактивы, за исключением 1,10-фенантролина или 2,2-дипиридила.

Одновременно с анализируемой пробой проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Массу железа находят по градуировочному графику с учетом контрольного опыта.

2.3.3. Определение железа в сплавах, содержащих вольфрам

После растворения навески, как указано в п. 2.3.2, раствор нагревают до выпадения осадка вольфрамовой кислоты. Добавляют 5—10 $см^3$ азотной кислоты и снова нагревают раствор до получения осадка вольфрамовой кислоты желтого цвета.

Раствор выпаривают до влажных солей, приливают 10 $см^3$ соляной кислоты, нагревают до растворения солей, приливают 100—120 $см^3$ горячей воды и оставляют на теплой плите в течение часа.

Осадок вольфрамовой кислоты отфильтровывают на двойной плотный фильтр, содержащий фильтробумажную массу, и тщательно промывают восемь-десять раз горячей соляной кислотой (1:20). Фильтр с осадком вольфрамовой кислоты отбрасывают. Фильтрат и промывные воды сохраняют.

К полученному раствору приливают 15—20 $см^3$ серной кислоты (1:1) и выпаривают до паров серной кислоты. Стакан охлаждают, обмывают стенки водой и вновь выпаривают до паров серной кислоты. Соли растворяют в 50—60 $см^3$ воды при нагревании, и при массовой доле железа до 0,2 % прибавляют 3 $см^3$ алюмоаммонийных квасцов. Раствор разбавляют горячей водой до 200—250 $см^3$ и далее поступают, как указано в п. 2.3.2.

2.3.4. Построение градуировочного графика

В стаканы помещают 3; 5; 10; 15; 20 $см^3$ стандартного раствора железа с концентрацией 0,00001 г/$см^3$, прибавляют 3 $см^3$ винной кислоты и далее поступают, как указано в п. 2.3.2. В качестве раствора сравнения используют раствор, содержащий все реактивы, кроме стандартного раствора железа.

2.4. Обработка результатов

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

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

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

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

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении при длине волны 248,3 нм степени поглощения резонансного излучения свободными атомами железа, образующимися при распылении анализируемого раствора в пламени воздух-ацетилен.

3.2. Аппаратура, реактивы

Атомно-абсорбционный пламенный спектрофотометр.

Лампа с полым катодом для определения железа.

Баллон с ацетиленом.

Компрессор, обеспечивающий подачу сжатого воздуха, или баллон со сжатым воздухом.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:4.

Железо карбонильное, особо чистое.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 1 г карбонильного железа, взвешенного с точностью 0,0002 г, растворяют в 20—30 $см^3$ соляной кислоты и осторожно по каплям прибавляют 5—7 $см^3$ азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ стандартного раствора А содержит 2 мг железа.

Раствор Б: 10 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Готовят перед применением.

1 см³ стандартного раствора Б содержит 0,2 мг железа.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Масса навески сплава и разбавление растворов в зависимости от массовой доли железа приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, см³	Объем аликвотной части, см³	Вместимость мерной колбы, см³
От 0,05 до 0,3 включ.	0,5	100	—	—
Св. 0,3 » 1,0 »	0,2	100	—	—
» 1,0 » 3,0 »	0,1	200	—	—
» 3,0 » 5,0 »	0,1	250	—	—
» 5,0 » 10,0 »	0,1	500	—	—
» 10,0 » 20,0 »	0,2	200	10	100

Допускается другое разбавление растворов, обеспечивающее нормируемую в стандарте точность.

Навеску сплава помещают в стакан или колбу вместимостью 150—300 см³ и растворяют при умеренном нагревании в 15—30 см³ соляной и 5—10 см³ азотной кислот. Раствор осторожно упаривают до влажных солей, прибавляют 5 см³ соляной кислоты и растворяют соли.

Допускаются другие способы растворения, обеспечивающие полное разложение навески и не требующие изменений в дальнейших операциях анализа.

При наличии в пробе титана и ниобия раствор после растворения навески охлаждают, добавляют серную кислоту (1:4) из расчета 10 см³ на каждые 100 см³ конечного объема и упаривают до паров серной кислоты. Приливают 50—60 см³ воды и растворяют соли при нагревании.

Полученный раствор переносят в мерную колбу (табл. 2), доливают до метки водой и перемешивают. Часть раствора фильтруют через два сухих фильтра, отбрасывая первые порции фильтрата.

Одновременно с анализируемой пробой проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

3.3.2. Приготовление растворов для градуировочного графика

3.3.2.1. Для сплавов с массовой долей железа до 5,0 %

В пять мерных колб вместимостью 100 см³ последовательно приливают 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10 см³ стандартного раствора Б. Шестую колбу используют для проведения контрольного опыта.

3.3.2.2. Для сплавов с массовой долей железа свыше 5,0 %

В семь мерных колб вместимостью 100 см³ последовательно приливают 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б. Восьмую колбу используют для проведения контрольного опыта.

3.3.2.3. В каждую колбу, подготовленную в соответствии с пп. 3.3.2.1 и 3.3.2.2, приливают по 5 см³ соляной кислоты или по 10 см³ серной кислоты (1:4), доливают до метки водой и перемешивают.

3.3.3. Подготовка прибора и измерение атомной абсорбции

Прибор готовят к работе в соответствии с прилагаемой инструкцией. Настраивают спектрофотометр на резонансную линию 248,3 нм. После включения системы подачи газов и зажигания горелки распыляют воду в пламя и устанавливают нуль прибора. Распыляют в пламя раствор контрольного опыта, затем растворы для градуировочного графика и испытуемые растворы в порядке увеличения концентрации железа. Проводят измерение до получения стабильных показаний для каждого раствора. Перед введением в пламя каждого анализируемого раствора распыляют в пламя воду и проверяют нуль прибора. Из среднего значения абсорбции каждого из анализируемых растворов вычитают среднее значение абсорбции контрольного опыта и массовую концентрацию железа находят по градуировочному графику.

3.3.4. По найденным значениям абсорбции градуировочных растворов с учетом значения абсорбции контрольного опыта и соответствующим концентрациям железа строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю железа в процентах (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V}{m\,10^6}\,100,$$

где m_1 — количество железа, найденное по градуировочному графику, мкг/см^3;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески, г (с учетом разбавления раствора).

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли железа приведены в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля железа, %	Погрешность результатов анализа, %, Δ	Допускаемое расхождение, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях, $d_к$	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
От 0,05 до 0,1 включ.	0,017	0,022	0,018	0,022	0,011
Св. 0,1 » 0,2 »	0,024	0,030	0,025	0,031	0,016
» 0,2 » 0,5 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,03
» 0,5 » 1,0 »	0,06	0,07	0,06	0,07	0,04
» 1 » 2 »	0,08	0,10	0,08	0,10	0,05
» 2 » 5 »	0,12	0,16	0,13	0,16	0,08
» 5 » 10 »	0,17	0,22	0,18	0,22	0,11
» 10 » 20 »	0,24	0,30	0,25	0,31	0,16

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 04.09.91 № 1419**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 199—78	2.2
ГОСТ 1277—75	2.2
ГОСТ 3118—77	3.2
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2; 3.2
ГОСТ 4233—77	2.2
ГОСТ 4238—77	2.2
ГОСТ 4461—77	3.2
ГОСТ 5456—79	2.2
ГОСТ 5817—77	2.2
ГОСТ 11125—84	2.2
ГОСТ 14261—77	2.2
ГОСТ 20478—75	2.2
ГОСТ 28473—90	1

5. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2004 г.**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 12.07.2004. Подписано в печать 30.07.2004. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,70. Тираж 84 экз. С 3056. Зак. 673.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru