МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ

Методы определения железа

ГОСТ 23859.5—79

Bronze fire-resistance.
Methods for the determination of iron

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 октября 1979 г. № 3937 срок введения установлен

с 01.01.81

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения железа (при массовой доле железа от 0,01 до 0,08 %) в жаропрочных медных сплавах.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—87 с дополнением по ГОСТ 23859.1—79, разд. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С ПРИМЕНЕНИЕМ 1,10-ФЕНАНТРОЛИНА ИЛИ 2,2′-ДИПИРИДИЛА

2.1. Сущность метода

Метод основан на предварительном выделении железа соосаждением с гидроокисью алюминия и образовании железом (II) окрашенного комплекса с 1,10-фенантролином или 2,2′-дипиридилом при pH 5 в присутствии солянокислого гидроксиламина и измерении оптической плотности раствора.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:1.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Аммиак по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1 и 1:100.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87.

Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360—87, раствор в этиловом спирте, 1 г/дм^3.

Аммоний-алюминий сернокислый (алюмо-аммонийные квасцы) по ГОСТ 4238—77, раствор: 10 г квасцов растворяют в 1 дм^3 воды с добавлением 10 см^3 концентрированной серной кислоты.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, раствор 10 г/дм^3, свежеприготовленный.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

Издание с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1985 г., марте 1990 г. (ИУС 9—85, 7—90).

gost.e-ecolog.ru

1,10-фенантролин гидрохлорид, раствор: 1,5 г 1,10-фенантролина растворяют, нагревая в небольшом количестве воды с несколькими каплями соляной кислоты, и разбавляют водой до 1 $дм^3$. Сохраняют в темном сосуде.

2,2′-дипиридил, раствор: 1,5 г 2,2′-дипиридила растворяют в небольшом количестве воды при нагревании с добавлением нескольких капель соляной кислоты и разбавляют водой до 1 $дм^3$. Сохраняют в темном сосуде.

Буферный раствор; готовят следующим образом: 272 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 $см^3$ воды, прибавляют 240 $см^3$ уксусной кислоты, фильтруют и доливают водой до 1 $дм^3$.

Смесь реактивов свежеприготовленная: одну часть раствора солянокислого гидроксиламина смешивают с одной частью 1,10-фенантролина или 2,2′-дипиридила и с тремя частями буферного раствора.

Стандартные растворы железа.

Раствор А. 0,5025 г стандартного образца стали низкоуглеродистой № 126 или карбонильного железа растворяют в 20 $см^3$ азотной кислоты. Полученный раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают. 1 $см^3$ раствора А содержит 0,0005 г железа.

Раствор Б. 10 $см^3$ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ доливают до метки водой и перемешивают. 1 $см^3$ раствора Б содержит 0,00005 г железа.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Для бронз, содержащих хром

Навеску бронзы массой 1 г при содержании железа от 0,01 до 0,03 % и 0,5 г при массовой доле железа от 0,02 до 0,08 % помещают в платиновую чашку, добавляют 10 $см^3$ азотной кислоты и 2—3 $см^3$ фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. После растворения навески раствор охлаждают, добавляют 10 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1:1 и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, осторожно ополаскивают стенки чашки водой и растворяют остаток в воде при нагревании. Раствор переводят в стакан вместимостью 250 $см^3$, разбавляют водой до объема 150 $см^3$, прибавляют 5 $см^3$ раствора алюмо-аммонийных квасцов и аммиака, разбавленного 1:1, до образования растворимого синего комплекса меди. Раствор выдерживают при 60 °С для коагуляции осадка гидроокисей железа и алюминия. Выделившийся осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, стакан и осадок промывают горячим раствором аммиака, разбавленным 1:100. Осадок растворяют в 10 $см^3$ горячей соляной кислоты в стакане, где проводилось осаждение, фильтр тщательно промывают горячей водой и вновь проводят осаждение гидроокисей. Осадок отфильтровывают, промывают горячим раствором аммиака, разбавленным 1:100, растворяют в 10 $см^3$ горячей соляной кислоты, и фильтр промывают горячей водой в стакан, где проводилось осаждение. Нагревают до растворения осадка, раствор упаривают до объема 40 $см^3$, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают водой до 50 $см^3$. Затем раствор нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1:1, по фенолфталеину, прибавляют 1 $см^3$ соляной кислоты и 25 $см^3$ смеси реактивов, доливают до метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см при 510 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3.2. Для бронз, не содержащих хрома

Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, накрывают часовым стеклом, добавляют 15 $см^3$ азотной кислоты и осторожно растворяют при нагревании. Стакан с раствором охлаждают, ополаскивают стенки стакана и стекло небольшим количеством воды и раствор разбавляют водой до объема 150 $см^3$. Прибавляют 5 $см^3$ раствора алюмо-аммонийных квасцов и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 $см^3$ приливают последовательно 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 $см^3$ раствора Б железа, доливают водой до 50 $см^3$, приливают 2—3 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1:1. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий железа.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.5. Обработка результатов

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

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

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

m_1 — масса навески, г.

2.5.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), вычисленных по формуле

$$d = 0{,}002 + 0{,}04X,$$

где X — массовая доля железа в сплаве, %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.5.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D— показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$D = 0{,}003 + 0{,}05X,$$

где X — массовая доля железа в сплаве, %.

2.5.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз или методом добавок или сравнением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом в соответствии с ГОСТ 25086—87.

2.5.3, 2.5.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С ПРИМЕНЕНИЕМ СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТЫ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании железом (III) окрашенного в желтый цвет комплекса с сульфосалициловой кислотой в аммиачном растворе при pH 8—10 после выделения железа соосаждением с гидроокисью алюминия.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

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

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

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 1478—93, раствор 200 г/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1 и 1:100.

Квасцы алюмо-аммонийные по ГОСТ 4238—77, раствор: 10 г квасцов растворяют в 1 дм^3 воды с добавлением 10 см^3 концентрированной серной кислоты.

Стандартные растворы железа.

Раствор А. 1,005 г стандартного образца стали низкоуглеродистой № 126 растворяют в 20 см^3 азотной кислоты. Раствор кипятят для удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора А содержит 0,001 г железа.

Раствор Б. 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 доливают до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г железа.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. *Для бронз, содержащих хром*

Навеску бронзы массой 1 г помещают в платиновую чашку, добавляют 10 см^3 азотной кислоты, 2—3 см^3 фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают, добавляют 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1 и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, осторожно ополаскивают стенки чашки водой и растворяют остаток в воде при нагревании.

Раствор переводят в стакан вместимостью 250 см^3, разбавляют водой до объема 150 см^3, прибавляют 5 см^3 раствора алюмо-аммонийных квасцов и аммиак, разбавленный 1:1, до образования растворимого синего комплекса меди. Раствор выдерживают при 50—60 °С для коагуляции осадка гидроокисей железа и алюминия. Выделившийся осадок отфильтровывают на фильтр средней

плотности, стакан и осадок промывают горячим раствором аммиака, разбавленным 1:50. Осадок растворяют в 10 см^3 горячей соляной кислоты в стакан, где проводилось осаждение, и вновь проводят осаждение гидроокисей.

Осадок отфильтровывают, промывают горячим раствором аммиака, разбавленным 1:100, растворяют в 10 см^3 горячей соляной кислоты и фильтр промывают горячей водой в стакан, где проводилось осаждение. Нагревают до растворения осадка, раствор упаривают до объема 20 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до 30 см^3.

Затем добавляют 15 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты, нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1:1, до устойчивого желтого цвета, добавляют избыток аммиака 3—4 см^3, доливают до метки водой и измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см при 425 нм или на фотоэлектроколориметре с фиолетовым светофильтром в кювете с толщиной поглощающего слоя 2 см. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.3.2. *Для бронз, не содержащих хрома*

Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, накрывают часовым стеклом, добавляют 15 см^3 азотной кислоты и растворяют при нагревании. Стакан с раствором охлаждают, ополаскивают стекло и стенки стакана небольшим количеством воды и разбавляют водой до 150 см^3. Прибавляют 5 см^3 раствора алюмо-аммонийных квасцов и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

3.4. Построение градуировочного графика

В 7 мерных колб вместимостью по 100 см^3 приливают последовательно 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 8,0 см^3 стандартного раствора Б железа, разбавляют водой до объема 30 см^3 и далее поступают, как указано в п. 3.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий железа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5. Обработка результатов

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

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

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

m_1 — масса навески, г.

3.5.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), вычисленных, как указано в п. 2.5.2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.5.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — показатель воспроизводимости), вычисляют, как указано в п. 2.5.3.

3.5.4. Контроль точности результатов анализа проводят, как указано в п. 2.5.4.

3.5.3, 3.5.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

gost.e-ecolog.ru