Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ ОЛОВЯННЫЕ

Методы определения железа

ГОСТ 1953.7—79

Tin bronze. Methods for the determination of iron

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения железа с применением 1,10-фенантролина или 2,2'-дипиридила (от 0,0025 % до 0,6 %), фотометрический метод с сульфосалициловой кислотой (от 0,01 % до 0,6 %) и атомно-абсорбционный метод (при массовой доле железа от 0,0025 % до 0,6 %) в оловянных бронзах по ГОСТ 5017, ГОСТ 613 и ГОСТ 614.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1534—79.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1953.1.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании железом окрашенного комплекса с 1,10-фенантролином или 2,2'-дипиридилом после предварительной отгонки олова в виде тетрабромида и выделении железа соосаждением с гидроокисью алюминия.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Смесь для растворения, свежеприготовленная; готовят следующим образом: девять объемов бромистоводородной кислоты смешивают с одним объемом брома.

Кислота хлорная.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:1 и 1:50.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Бром по ГОСТ 4109.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Квасцы алюмоаммонийные (аммоний-алюминий сернокислый) по ГОСТ 4238, раствор; готовят следующим образом: 10 г квасцов растворяют в 1 дм³ воды с добавлением 10 см³ концентрированной серной кислоты.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор 10 г/дм³, свежеприготовленный.

1,10-фенантролин солянокислый, раствор; готовят следующим образом: 2,5 г препарата растворяют при нагревании в небольшом количестве воды с добавлением нескольких капель концентрированной соляной кислоты и разбавляют водой до 1 дм³. Хранят раствор в темном сосуде.

2,2'-дипиридил, раствор; готовят следующим образом: 1,5 г 2,2'-дипиридила растворяют при нагревании в небольшом количестве воды с добавлением нескольких капель концентрированной соляной кислоты и разбавляют водой до 1 дм³. Хранят раствор в темном сосуде.

Буферный раствор; готовят следующим образам: 272 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см³ воды, прибавляют 240 см³ уксусной кислоты, фильтруют и доливают водой до 1 дм³.

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

Сталь низкоуглеродистая, стандартный образец с массовой долей железа не менее 99,8 %.

Окись железа по НД.

Стандартные растворы железа:

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5025 г стандартного образца низкоуглеродистой стали № 126 или 0,7184 г окиси железа растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Полученный раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0005 г железа.

Раствор Б; готовят в день применения: 5 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,000025 г железа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. *Для бронз, не содержащих свинца*

Навеску бронзы (см. табл. 1) помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 15 см³ смеси для растворения, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. При неполном растворении добавляют по каплям бром.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см³
До 0,02	1	Весь раствор
Св. 0,02 » 0,2	0,5	10
» 0,2 » 0,6	0,5	5

По окончании растворения приливают к раствору 20 см³ хлорной кислоты и упаривают при умеренном нагревании до начала выделения густого белого дыма и осветления раствора. Раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана и часовое стекло водой и повторяют упаривание до появления густого белого дыма хлорной кислоты. Раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой и нагревают до растворения солей. Раствор разбавляют водой до 200 см³, прибавляют 5 см³ раствора алюмоаммонийных квасцов и аммиак до перехода меди в растворимый аммиачный комплекс. Раствор нагревают и выдерживают 30 мин при 60 °С для коагуляции осадка гидроокисей железа и алюминия. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают стакан и осадок 3—5 раз раствором аммиака, разбавлением 1:50. Осадок растворяют на фильтре в 10 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение гидроокисей. Фильтр промывают 4—5 раз горячей водой. Повторяют осаждение, фильтрование и промывание осадка гидроокисей железа и алюминия. Осадок растворяют в 10 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, собирая раствор в стакан, в котором производилось осаждение. Промывают фильтр 4—5 раз горячей водой.

При массовой доле железа в сплаве до 0,02 % раствор упаривают до объема 30—40 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 25 см³ смеси реактивов, доливают водой до метки

и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см на спектрофотометре при длине волны 510 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

При массовой доле железа свыше 0,02 % раствор упаривают до объема 70—80 см³ и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой, перемешивают. Аликвотную часть (см. табл. 1) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до 50 см³ и далее поступают, как указано выше.

2.3.2. *Для бронз, содержащих свинец*

Навеску бронзы (см. табл. 1) помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 15—30 см³ смеси для растворения, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. При неполном растворении навески добавляют по каплям бром. По окончании растворения приливают к раствору 20 см³ хлорной кислоты и упаривают раствор при умеренном нагревании до начала выделения густого белого дыма хлорной кислоты и осветления раствора. Раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана и часовое стекло водой и повторяют упаривание до появления густого белого дыма хлорной кислоты.

Раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана небольшим количеством воды и нагревают до растворения солей. К полученному раствору добавляют 100 см³ воды, 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают. Раствор охлаждают, осадок отфильтровывают на плотный фильтр и промывают 4—5 раз серной кислоты, разбавленной 1:100. Осадок выбрасывают. К фильтрату прибавляют 5 см³ раствора алюмоаммонийных квасцов и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

2.3.3. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают последовательно: 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см³ раствора Б железа, доливают водой до 50 см³ и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий железа.

2.4. Обработка результатов

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

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

где m_1 — количество железа, найденное по градуировочному графику, г;

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

2.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 1а.

Таблица 1а

Массовая доля железа, %	d, %	D, %	Массовая доля железа, %	d, %	D, %
От 0,0025 до 0,005 включ.	0,001	0,001	От 0,05 до 0,10 включ.	0,008	0,01
Св. 0,005 » 0,01 »	0,002	0,003	Св. 0,1 » 0,2 »	0,015	0,02
» 0,01 » 0,03 »	0,003	0,004	» 0,2 » 0,4 »	0,02	0,03
» 0,03 » 0,05 »	0,005	0,007	» 0,4 » 0,6 »	0,03	0,04

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4.3. 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, указанных в табл. 1а.

2.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.5. Фотометрический метод применяется в случае разногласия в оценке качества оловянных бронз.

2.4.3—2.4.5. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании трехвалентным железом с сульфосалициловой кислотой желтого комплексного соединения и измерении его оптической плотности.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота хлорная.

Кислота сульфосалициловая, раствор 200 г/дм^3.

Бром по ГОСТ 4109.

Смесь для растворения, свежеприготовленная; готовят следующим образом: девять объемов бромистоводородной кислоты смешивают с одним объемом брома.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:50.

Квасцы алюмоаммонийные (аммоний-алюминий сернокислый) по ГОСТ 4238; готовят следующим образом: 10 г квасцов растворяют в 1 дм^3 воды с 10 см^3 концентрированной серной кислоты.

Сталь низкоуглеродистая, стандартный образец, с содержанием железа не менее 99,8 %.

Окись железа по НД.

Стандартные растворы железа.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5025 г стандартного образца низкоуглеродистой стали или 0,7184 г окиси железа растворяют в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Полученный раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б; готовят следующим образом: 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 0,0001 г железа.

3.3. **(Исключен, Изм. № 2).**

3.3.1. *Для бронз, не содержащих свинца*

Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см^3, добавляют 30 см^3 смеси для растворения, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. При неполном растворении добавляют по каплям бром. По окончании растворения навески приливают к раствору 20 см^3 хлорной кислоты и упаривают до начала появления белого дыма хлорной кислоты и осветления раствора. Раствор охлаждают, ополаскивают часовое стекло и стенки стакана водой и повторяют упаривание до появления белого дыма хлорной кислоты. Охлаждают, ополаскивают стенки стакана и часовое стекло водой и нагревают до растворения остатка. Раствор разбавляют водой до 200 см^3, прибавляют 5 см^3 раствора алюмоаммонийных квасцов и аммиак до перехода меди в растворимый аммиачный комплекс. Раствор нагревают и выдерживают 30 мин при 60 °С для коагуляции осадка гидроокисей железа и алюминия. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, стакан и осадок промывают 3—5 раз раствором аммиака, разбавленным 1:50. Осадок растворяют на фильтре в 10 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение гидроокисей. Фильтр промывают 4—5 раз горячей водой. Повторяют осаждение, фильтрование и промывание осадка гидроокисей железа и алюминия. Осадок растворяют в 10 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение и промывают фильтр 4—5 раз горячей водой.

При массовой доле железа в сплаве до 0,05 % раствор упаривают до объема 30—40 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 15 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты, аммиак до появления желтой окраски и 3 см^3 в избыток, доливают водой до метки и перемешивают. Измеряют оптическую плотность раствора в кювете с толщиной слоя 1 см на спектрофотометре при длине волны 425 нм или фотоэлектроколориметре с синим светофильтром. Раствором сравнения служит раствор холостого опыта.

При массовой доле железа свыше 0,05 % раствор упаривают до объема 70—80 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Аликвотную часть (см. табл. 2) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до объема 50 см³ и далее поступают, как указано выше.

3.3.2. *Для бронз, содержащих свинец*

Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 30 см³ для растворения, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании. При неполном растворении добавляют по каплям бром. По окончании растворения навески приливают к раствору 20 см³ хлорной кислоты и упаривают раствор при умеренном нагревании до начала выделения густого белого дыма и осветления раствора. Раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана и часовое стекло водой и повторяют упаривание до появления густого белого дыма хлорной кислоты.

Раствор охлаждают, ополаскивают стенки стакана и часовое стекло водой и нагревают до растворения остатка. К полученному раствору добавляют 100 см³ воды, 5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают. Раствор охлаждают, осадок отфильтровывают на плотный фильтр и промывают 4—5 раз серной кислотой, разбавленной 1:100. Осадок отбрасывают. К фильтрату прибавляют 5 см³ раствора алюмоаммонийных квасцов и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,02 до 0,05	Весь раствор
Св. 0,05 » 0,25	20
» 0,25 » 0,6	10

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.3. При последовательном определении элементов из одной навески для определения железа свыше 0,05 % используют электролит после отделения меди. Для этого в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть раствора, равную 50 см³ при массовой доле железа от 0,05 % до 0,25 %, или 25 см³ при массовой доле железа от 0,25 % до 0,5 %, добавляют 15 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

3.3.4. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают последовательно 0; 1,0; 2,0; 4,0 и 6,0 см³ раствора Б железа, добавляют 20 см³ воды, 15 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий железа.

3.4. Обработка результатов

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

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

где m_1 — количество железа, найденное по градуировочному графику, г;

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

3.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 1а.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.3. 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, указанных в табл. 1а.

3.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315 или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

3.4.3, 3.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции света атомами железа, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух.

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для железа.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Смесь кислот: смешивают один объем азотной кислоты с тремя объемами соляной кислоты.

Железо карбонильное или Государственный стандартный образец № 666—81П типа с1.

Раствор железа: 0,1 г железа растворяют при нагревании в 10 см³ азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г железа.

Медь по ГОСТ 859.

Раствор меди: 10 г меди растворяют при нагревании в 80 см³ азотной кислоты: (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

1 см³ раствора содержит 0,1 г меди.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Навеску бронзы массой, указанной в табл. 3, растворяют при нагревании в 10—20 см³ смеси кислот. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки.

Таблица 3

Массовая доля железа, %	Масса навески, г	Объем смеси кислот, см³	Объем стандартного раствора меди, см³
От 0,0025 до 0,03 включ.	3	20	30
Св. 0,03 » 0,1 »	1	10	10
» 0,1 » 0,6 »	0,1	10	—

Измеряют атомную абсорбцию железа в пламени ацетилен-воздух при длине волны 248,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

4.3.2. *Построение градуировочного графика*

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,5; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора железа. Во все колбы приливают указанные в табл. 3 объемы смеси кислот и стандартного раствора меди и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию железа, как указано в п. 4.3.1.

По полученным данным строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

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

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

где C — концентрация железа, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы, г.

4.4.2. Расхождения результатов параллельных определений не должно превышать значений допускаемых расхождений (d — показатель сходимости при $n = 3$), указанных в табл. 1а.

4.4.3. 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, указанных в табл. 1а.

4.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам оловянных бронз, вновь утвержденным по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных фотометрическими методами, в соответствии с ГОСТ 25086.

Разд. 4. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10.10.79 № 3899

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1534—79

4. ВЗАМЕН ГОСТ 1953.7—74

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который даны ссылки	Номер пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который даны ссылки	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—97	2.4.4, 3.4.4, 4.4.4	ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 61—75	2.2	ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2
ГОСТ 199—78	2.2	ГОСТ 4109—79	2.2, 3.2
ГОСТ 613—79	Вводная часть	ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 4238—77	2.2, 3.2
ГОСТ 859—2001	4.2	ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 1953.1—79	1.1	ГОСТ 5456—79	2.2
ГОСТ 2062—77	2.2, 3.2	ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.4, 3.4.4, 4.4.4

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

7. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., августе 1990 г. (ИУС 6—83, 11—90)

gost.e-ecolog.ru