УДК 669.35'5:546.72.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ МЕДНО-ЦИНКОВЫЕ

Методы определения железа

Copper-zinc alloys.
Methods for the determination of iron

ГОСТ
1652.3—77

ОКСТУ 1709

Дата введения 1978—07—01

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический комплексонометрический метод определения железа (при массовой доле железа от 1 до 5 %), фотометрические методы определения железа (при массовой доле железа от 0,01 до 2 %) и атомно-абсорбционный метод (при массовой доле от 0,01 до 5 %) в медно-цинковых сплавах по ГОСТ 15527, ГОСТ 17711 и ГОСТ 1020.

Стандарт полностью соответствует ИСО 4748—84, ИСО 1812—76.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа по ГОСТ 25086 с дополнением по п. 1.1 ГОСТ 1652.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

2.1. Сущность метода

Метод основан на титровании трехвалентного железа раствором трилона Б с применением сульфосалициловой кислоты в качестве индикатора.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 и 1:4.

gost.e-ecolog.ru

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

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор 100 г/дм³.

Динатриевая соль этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, 0,025 моль/дм³ раствор; готовят следующим образом: 9,305 г трилона Б растворяют в 500 см³ воды при нагревании, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают до метки водой.

Железо, стандартный образец № 126 (сталь низкоуглеродистая). Стандартный раствор железа готовят следующим образом: 1,005 г стандартного образца № 126 растворяют при нагревании в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г железа.

Установка массовой концентрации раствора трилона Б

10 см³ стандартного раствора железа помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 20 см³ воды и нейтрализуют раствором аммиака, разбавленным 1:1, до перехода синей окраски индикаторной бумаги конго в сиреневую, затем прибавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:4, доливают водой до 100 см³ и далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 0,5 г при массовой доле железа до 3 % и 0,25 г при массовой доле железа свыше 3 % растворяют при нагревании в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, в стакане вместимостью 300 см³, разбавляют водой приблизительно до 200 см³ и добавляют раствор аммиака до образования растворимого синего аммиачного комплекса меди. Раствор выдерживают при (60±5) °С для коагуляции осадка гидроокиси железа.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают раствором аммиака, разбавленным 1:50. Осадок смывают горячей водой в стакан, в котором проводилось осаждение, и растворяют в 10 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1.

Фильтр промывают горячей водой. Повторяют осаждение гидроокиси железа раствором аммиака, фильтрование и промывание осадка. Осадок гидроокиси железа с фильтра смывают горячей водой в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 10 см³ горя-

чей соляной кислоты, разбавленной 1:1, и промывают фильтр горячей водой.

Колбу с раствором нагревают до полного растворения осадка, нейтрализуют раствором аммиака, разбавленного 1:1, до перехода синего цвета индикаторной бумаги конго в сиреневый, прибавляют 5 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:4, доливают водой до 100 см³ и нагревают до 70 °С. Приливают 5 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и титруют горячий раствор раствором трилона Б до перехода окраски из буро-красной в лимонно-желтую.

2.4. Обработка результатов

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

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

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³;

T — масса железа, соответствующая 1 см³ 0,025 моль/дм³ раствора трилона Б, г;

m — масса навески сплава, г.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать 0,07% при массовой доле железа от 1 до 3 % и 0,1 % при массовой доле железа от 3 до 5 %.

2.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать 0,1 % при массовой доле железа от 1 до 3 % и 0,14 % при массовой доле железа от 3 до 5 %.

2.4.2, 2.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).**

2.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

2.4.4.1, 2.4.4.2. **(Исключены, Изм. № 4).**

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании железом окрашенного комплекса с 1,10-фенантролином или *а, а'*-дипиридилом при pH 5 в присутствии уксуснокислого натрия и солянокислого гидроксиламина после выделения железа осаждением с гидроокисью алюминия.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

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

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Фенолфталеин, раствор в этиловом спирте, 1 г/дм^3.

Аммоний-алюминий сернокислый (алюмо-аммонийные квасцы) по ГОСТ 4238, раствор; для его приготовления 10 г квасцов растворяют в 1 дм^3 воды с 10 см^3 концентрированной серной кислоты.

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

1,10-фенантролин, раствор; готовят следующим образом: 1,5 г 1,10-фенантролина растворяют, нагревая в небольшом количестве воды с несколькими каплями соляной кислоты и разбавляют водой до 1000 см^3, хранят раствор в темном сосуде.

Раствор буферный; 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 реакционная, свежеприготовленная; готовят следующим образом: одну часть раствора солянокислого гидроксиламина смешивают с одной частью 1,10-фенантролина или *а, а'*-дипиридила и с двумя частями буферного раствора.

Растворы железа стандартные

Раствор А: готовят следующим образом: 0,5025 г стандартного образца стали № 126 (сталь низкоуглеродистая) растворяют в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1. Полученный раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, 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 колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,00025 г железа.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062.

Бром по ГОСТ 4109.

Кислота хлорная.

а, а'-дипиридил раствор: 1,5 г *а, а'*-дипиридила растворяют, нагревая в небольшом количестве воды с несколькими каплями соляной кислоты, и разбавляют водой до 1 дм³. Хранят раствор в темном сосуде.

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

3.3. Проведение анализа

3.3.1. *Для сплавов, не содержащих кремния и олова*

Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, накрывают часовым стеклом и осторожно растворяют при нагревании в 15 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Стакан с раствором охлаждают, обмывают стенки и стекло небольшим количеством воды и раствор разбавляют водой до объема 150 см³. Прибавляют 5 см³ раствора алюмоаммонийных квасцов (для сплавов, не содержащих алюминия) и аммиак, разбавленный 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 и промывают раствором аммиака, разбавленного 1:50. Осадок растворят в 10 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1. Фильтр тщательно промывают горячей водой, собирая раствор в стакан, где проводилось осаждение, и вновь осаждают гидроокиси железа и алюминия аммиаком. Осадок отфильтровывают, промывают раствором аммиака, разбавленного 1:50, и растворяют в 10 см³ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1. Фильтр промывают горячей водой, собирая промывные воды в стакан, в котором проводилось осаждение.

Раствор переводят в мерную колбу, разбавляют водой до метки и, в зависимости от содержания железа в сплаве, отбирают аликвотную часть в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Объем раствора после растворения, $см^3$	Объем аликвотной части раствора, $см^3$	Масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г
До 0,05	50	25	0,25
Св. 0,05 до 0,2 включ.	100	10	0,05
» 0,2 » 0,5 »	100	5	0,025
» 0,5 » 1,0 »	200	5	0,0125
» 1,0 » 2,0 »	200	2,5	0,0062

Аликвотную часть раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, доливают водой до 25 $см^3$ и нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1:1, по фенолфталеину, прибавляют 1 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 12 $см^3$ реакционной смеси, доливают до метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре в кювете с толщиной слоя 1 см при длине волны 510 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

3.3.2. *Для сплавов, содержащих кремний*

Навеску сплава массой 0,5 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, с добавлением 2—3 $см^3$ фтористоводородной кислоты. Раствор выпаривают почти досуха. Сухой остаток обрабатывают 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и повторяют выпаривание. Эту обработку повторяют еще один раз. Затем приливают 10 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают несколько минут, приливают 15—20 $см^3$ горячей воды и после растворения солей раствор переводят в стакан вместимостью 250 $см^3$, разбавляют водой до объема 150 $см^3$, прибавляя 5 $см^3$ раствора алюмо-аммонийных квасцов и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

3.3.3. *Для сплавов, содержащих олово*

Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, вводят 15 $см^3$ смеси для растворения, накрывают часовым стеклом и осторожно растворяют при нагревании. При неполном

растворении добавляют по каплям бром. Затем прибавляют 20 см^3 хлорной кислоты и для полного удаления бромидов олова и сурьмы нагревают раствор до уменьшения его объема до 5 см^3. Раствор охлаждают, обмывают стенки стакана небольшим количеством воды (около 30 см^3) и нагревают до растворения солей.

Если в сплаве присутствует свинец, то для его отделения в раствор добавляют 50 см^3 воды, 5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают. Раствор охлаждают, осадок отфильтровывают на плотный фильтр и промывают 4—5 раз водой, подкисленной серной кислотой. Осадок отбрасывают.

Фильтрат или раствор после растворения солей разбавляют водой до объема 150 см^3, добавляют 5 см^3 раствора алюмоаммонийных квасцов и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

3.3.4. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью по 50 см^3 приливают из микробюретки последовательно 0; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,5; 3,5 и 5,0 см^3 раствора Б, доливают водой до 25 см^3, приливают 2—3 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1:1. Далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий железа.

По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям железа строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

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

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	*d*, %	*D*, %
От 0,01 до 0,05 включ.	0,004	0,006
Св. 0,05 » 0,10 »	0,008	0,01
» 0,10 » 0,25 »	0,015	0,02
» 0,25 » 0,50 »	0,03	0,04
» 0,5 » 1,0 »	0,05	0,07
» 1,0 » 2,0 »	0,1	0,14
» 2,0 » 5,0 »	0,15	0,2

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (*D* — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

3.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом в соответствии с ГОСТ 25086.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.4.4.1—3.4.4.3. **(Исключены, Изм. № 4).**

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ

4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании желтого комплексного соединения железа с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде после выделения его соосаждением с гидроокисью алюминия или лантана и измерении оптической плотности раствора при длине волны 420 нм.

4.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 и 1:9.

Смесь концентрированных соляной и азотной кислот в соотношении 3:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:19.

Лантан азотнокислый, раствор: 0,3 г азотнокислого лантана растворяют в 20 см³ воды с добавлением нескольких капель азотной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329, раствор 20 г/дм³: 20 г алюмокалиевых квасцов растворяют в воде с добавлением 15 см³ соляной кислоты. Раствор доливают водой до 1 дм³.

Алюминий металлический по ГОСТ 11069, 0,1 %-ный раствор: 1,0 г алюминия растворяют в 15—20 см³ концентрированной соляной кислоты и доливают водой до 1 дм³.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845, раствор 200 г/дм³.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор 100 г/дм³

Железо металлическое.

Железо окись.

Стандартный раствор железа: 0,1430 г окиси железа или 0,1000 г железа растворяют в 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, с добавлением нескольких капель перекиси водорода. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг железа.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. *Для сплавов, содержащих до 0,05 % кремния*

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см³ и растворяют в 15 см³ смеси кислот при нагревании. После растворения ополаскивают водой стенки стакана и часовое стекло, раствор разбавляют до 150 см³; при содержании в сплаве менее 0,5 % алюминия в раствор добавляют 5 см³ раствора алюминия или азотнокислого лантана.

Раствор нагревают до 70 °С и прибавляют аммиак до образования растворимого синего комплекса меди и 5 см³ в избыток. Раствор с осадком выдерживают при температуре 60—70 °С в течение 20 мин. Затем осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают раствором аммиака, разбавленного 1:19. Осадок на фильтре растворяют в 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, с

добавлением 2—3 капель перекиси водорода, собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение, и после растворения фильтр тщательно промывают горячей водой. Раствор кипятят 2—3 мин до удаления пузырьков перекиси водорода, затем разбавляют водой до 150 см³ и осаждение повторяют. После растворения осадка, тщательной промывки фильтра горячей водой и удаления перекиси водорода, раствор при содержании железа свыше 0,05 % переносят в мерную колбу вместимостью 100 или 250 см³, доливают раствор соляной кислотой, разбавленной 1:9, до метки и перемешивают. В зависимости от содержания железа отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см³ аликвотную часть по табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля железа, %	Вместимость мерной колбы, см³	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,01 до 0,05 включ.	—	Весь
Св. 0,05 » 0,2 »	100	20
» 0,2 » 0,5 »	100	10
» 0,5 » 1,0 »	100	5
» 1,0 » 2,0 »	250	5

При массовой доле железа до 0,05 % упаривают раствор до объема 10 см³ и после охлаждения переносят его в мерную колбу вместимостью 100 см³, к раствору добавляют 5 см³ раствора виннокислого калия-натрия, 20 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, раствор перемешивают, добавляют аммиак до получения желтой окраски, затем добавляют 10 см³ аммиака в избыток, доливают до метки водой, перемешивают и через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора в кювете 1 см при 420 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

4.3.2. *Для сплавов, содержащих кремний свыше 0,05 %*

Навеску сплава массой 1 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, с добавлением 5 см³ фтористоводородной кислоты и раствор выпаривают почти досуха. Затем еще два раза повторяют выпаривание с 10 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают, разбавляют горячей водой до объема примерно 50 мл и после растворения

сухого остатка раствор переносят в стакан вместимостью 400 см³, разбавляют водой до 150 см³ и далее поступают, как указано в п. 4.3.1.

4.3.3. *Построение градуировочного графика*

В пять из шести мерных колб вместимостью по 100 см³ каждая отмеряют 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 и 0,5 мг железа. Во все колбы добавляют по 5 см³ раствора виннокислого калия-натрия и далее поступают, как указано в п. 4.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий железа.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям железа строят градуировочный график.

4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю железа (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \quad V_1},$$

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

V — объем исходного раствора анализируемой пробы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора пробы, см³;

m — масса навески, г.

4.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

4.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

4.4.2, 4.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).**

4.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.4.4.1—4.4.4.3. **(Исключены, Изм. № 4).**

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

5.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот и измерении атомной абсорбции железа в пламени ацетилен-воздух, используя излучение с длиной волны 248,3.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр. Лампа с полым катодом для железа.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Смесь кислот соляной и азотной в соотношении 3:1.

Медь металлическая по ГОСТ 859.

Раствор меди: 50 г меди растворяют в 400 $см^3$ смеси азотной и соляной кислот в соотношении 1:1. После растворения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и доливают до метки водой.

10 $см^3$ раствора содержит 1 г меди.

Железо металлическое.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 1,0 г железа растворяют в 25 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, кипячением удаляют окислы азота, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б: 10 $см^3$ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 2 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б содержит 0,1 мг железа.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и растворяют при нагревании в 20 $см^3$ смеси кислот. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 или 250 $см^3$ и доливают водой до метки. При массовой доле железа свыше 0,2 % отбирают аликвотную часть в соответствии с табл. 4; в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ добавляют 20 $см^3$ смеси кислот и доливают водой до метки.

Таблица 4

Массовая доля железа, %	Вместимость мерной колбы, см³	Объем аликвотной части раствора, см³
От 0,01 до 0,2 включ.	100	Весь
Св. 0,2 » 1,0 »	100	20
» 1,0 » 2,0 »	250	25
» 2,0 » 5,0 »	250	10

5.3.2. *Приготовление градуировочных растворов*

В семь из восьми мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора Б железа, что соответствует 0,05; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 мг железа. Во все колбы наливают 20 см³ смеси кислот и доливают водой до метки.

5.3.3. Измеряют атомную абсорбцию железа в растворах анализируемых сплавов и в градуировочных растворах, регистрируя аналитические сигналы. Используют пламя ацетилен-воздух и аналитическую линию железа 248,3 нм.

По полученным значениям строят градуировочный график.

5.3, 5.3.1—5.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю железа (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C_1 — концентрация железа в анализируемом растворе, г/см³;

C_2 — концентрация железа в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем мерной колбы для приготовления окончательного раствора пробы, см³;

m — масса навески, г.

5.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — сходимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

5.4.3. Абсолютные расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полу-

ченных в одной лаборатории, но при различных условиях (D — воспроизводимость) не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

5.4.4. Контроль точности анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) медно-цинковых сплавов, утвержденным ГОСТ 8.315, или методом добавок, или сравнением результатов, полученных другим методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

5.4.4.1, 5.4.4.2. **(Исключены, Изм. № 4).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

Ю.Ф. Шевакин, М.Б. Таубкин, А.А. Немодрук, Н.В. Егиазарова (руководитель темы), **И.А. Воробьева**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.04.77 № 1062

3. ВЗАМЕН ГОСТ 1652.3—71

4. Стандарт полностью соответствует ИСО 4748—84, ИСО 1812—76

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 8.315—91	2.4.4.1, 3.4.4.1
ГОСТ 61—75	3.2.
ГОСТ 199—78	3.2
ГОСТ 859—78	5.2
ГОСТ 1020—77	Вводная часть
ГОСТ 1652.1—77	1.1
ГОСТ 2062—77	3.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 5.2, 4.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 4109—79	3.2
ГОСТ 4204—77	3.2
ГОСТ 4238—77	3.2
ГОСТ 4329—77	4.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2
ГОСТ 4478—78	2.2, 4.2
ГОСТ 5456—79	3.2
ГОСТ 5845—79	4.2
ГОСТ 10484—78	3.2, 4.2
ГОСТ 10652—73	2.2
ГОСТ 10929—76	4.2
ГОСТ 11069—74	4.2
ГОСТ 15527—70	Вводная часть
ГОСТ 17711—93	Вводная часть
ГОСТ 25086—87	1.1

6. Постановлением Госстандарта от 28.12.92 № 1525 снято ограничение срока действия

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июнь 1997 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в октябре 1981 г., ноябре 1987 г., октябре 1990 г., декабре 1992 г. (ИУС 12—81, 2—88, 2—90, 3—93)

gost.e-ecolog.ru