ГОСТ 11930.7—79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

УДК 621.791.92.04:546.72.06:006.354 Группа В09

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ

Методы определения железа

Hard-facing materials.
Methods of iron determination

ГОСТ 11930.7—79

МКС 25.160.20
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 дата введения установлена

01.07.80

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрические методы определения железа (при массовой доле железа от 0,2 до 7 %) в наплавочных материалах на основе кобальта и никеля.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 11930.0—79.

2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С ОРТОФЕНАНТРОЛИНОМ

2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения двухвалентного железа с ортофенантролином в присутствии всех компонентов сплава.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56, ФЭК-56М или любого другого типа.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, раствор с массовой долей 10 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:4.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, раствор с массовой долей 30 %.

Бумага индикаторная «конго».

Ортофенантролин, раствор с массовой долей 1 % готовят растворением реактива в этиловом спирте, разбавленном 1:1.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300—87.

Стандартные растворы железа.

Раствор А готовят следующим образом: 0,1 г железа растворяют в 50 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:4, приливают 1 см^3 азотной кислоты и нагревают до удаления окислов азота. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г железа.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (август 2011 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1984 г., декабре 1989 г. (ИУС 3—85, 3—90)

© Издательство стандартов, 1979
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2011

Раствор Б готовят разбавлением водой раствора А в 10 раз. 1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г железа.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Железо определяют в фильтрате после отделения кремния по ГОСТ 11930.3 – 79.

Из мерной колбы вместимостью 200 см³ отбирают от 5 до 15 см³ анализируемого раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³. Приливают 5 см³ раствора гидроксиламина и нейтрализуют раствором уксуснокислого аммония до перехода индикаторной бумаги «конго» в красный цвет. Добавляют 5 см³ раствора ортофенантролина, разбавляют водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют на фотоэлектроколориметре (λ = 490 нм) через 10 мин в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 или 10 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта на содержание железа в реактивах. По величине оптической плотности испытуемого раствора находят содержание железа по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочного графика

2.3.2.1. В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 2, 4, 6, 8 и 10 см³ стандартного раствора железа Б, прибавляют по 10 см³ раствора с массовой долей 10 % солянокислого гидроксиламина и нейтрализуют по «конго» раствором уксуснокислого аммония. Затем анализ проводят, как указано в п. 2.3.1. Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют на фотоэлектроколориметре (λ = 490 нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

2.3.2.2. В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 1, 2, 3, 4, 5 см³ стандартного раствора А и далее анализ ведут, как указано выше. Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм (λ = 490 нм).

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{200m_1 \cdot 100}{mV},$$

где V — аликвотная часть анализируемого раствора, см³;

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

m — масса навески, г.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения железа с сульфосалициловой кислотой. Железо отделяют осаждением аммиаком.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметры типов ФЭК-56, ФЭК-56М или любого другого типа.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 5:95.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75.

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

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, раствор с массовой долей 20 %.

Бумага индикаторная «конго».

Стандартные растворы железа — по п. 2.2.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Железо определяют в фильтрате после отделения кремния по ГОСТ 11930.3—79.

Из мерной колбы вместимостью 200 см³ отбирают 50 см³ анализируемого раствора в стакан вместимостью 200 см³, разбавляют водой до 100 см³, прибавляют 1 г надсернокислого аммония и нагревают. Затем раствор нейтрализуют аммиаком по индикаторной бумаге «конго», добавляют 10 см³ аммиака в избыток, осадок коагулируют, фильтруют и промывают раствором аммиака, разбавленным 5:95, нагретым до 60—80 °С. Осадок гидроокиси железа растворяют в горячей соляной кислоте

60—80 °С, разбавленной 1:1. Раствор собирают в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр промывают 8—10 раз горячей водой и отбрасывают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой и перемешивают. Отбирают аликвотную часть 5—50 см³ (в зависимости от содержания железа) в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 10 см³ сульфосалициловой кислоты, аммиак до появления желтой окраски и 10 см³ в избыток, разбавляют водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре ($\lambda = 434$ нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта на содержание железа в реактивах. По величине оптической плотности испытуемого раствора находят содержание железа по градуировочному графику.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ последовательно прибавляют 4, 8 ... и 20 см³ стандартного раствора железа Б и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{200m_1 \cdot 100 \cdot 100}{mV \cdot 50},$$

где m_1 – масса железа, найденная по градуировочному графику, г.

m – масса навески, г;

V – аликвотная часть анализируемого раствора, см³.

3.4, 3.4.1. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

3.4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля железа, %	Допускаемые расхождения трех параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 0,20 до 0,50 включ.	0,02	0,05
Св. 0,50 » 1,00 »	0,05	0,10
» 1,00 » 5,00 »	0,10	0,15
» 5,00 » 7,00 »	0,15	0,20

(Измененная редакция, Изм. № 2).