МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ

Определение хрома, никеля, кобальта, железа, цинка, магния и титана методом атомно-абсорбционной спектрометрии

ГОСТ 23859.11—90

Heat-resistant bronze. Determination of chromium, nickel, cobalt, iron, zinc, magnesium and titanium by method of atomic-absorption spectrometry

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.91

Настоящий стандарт устанавливает метод атомно-абсорбционной спектрометрии для определения хрома, никеля, кобальта, железа, цинка, магния и титана в жаропрочных бронзах.

Метод предназначен для определения основных компонентов и примесей в жаропрочных бронзах в следующих интервалах массовых долей, %:

хром — от 0,1 до 1,3;
никель — от 0,005 до 0,9 и от 2,0 до 3,0;
кобальт — от 0,1 до 2,0;
железо — от 0,005 до 0,08;
цинк — от 0,0008 до 0,03;
магний — от 0,0005 до 0,06;
титан — от 0,02 до 0,09 и от 0,5 до 2,0.

Метод основан на измерении абсорбции света атомами элементов, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух или ацетилен-закись азота.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

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

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Атомно-абсорбционный спектрометр.

Лампы с полым катодом или другие источники резонансного излучения.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:4 и 1:10.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота по ГОСТ 9293.

Медь по ГОСТ 859.

Стандартный раствор меди: 10 г меди растворяют при нагревании в 80 $см^3$ азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают водой до метки.

1 $см^3$ раствора содержит 0,1 г меди.

Хром сернокислый по ГОСТ 4472.

Стандартные растворы хрома

Раствор А: 0,481 г сернокислого хрома растворяют при нагревании в 20 $см^3$ серной кислоты (1:4). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доливают водой до метки.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

gost.e-ecolog.ru

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

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г хрома.

Никель по ГОСТ 849.

Стандартные растворы никеля

Раствор А: 1 г никеля растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки.

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

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают водой до метки.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г никеля.

Кобальт по ГОСТ 123.

Стандартные растворы кобальта

Раствор А: 1 г кобальта растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают до метки водой.

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

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г кобальта.

Железо карбонильное или Государственный стандартный образец 666—81 типа с 1.

Стандартные растворы железа

Раствор А: 1 г железа растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки.

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 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0001 г железа.

Цинк по ГОСТ 3640.

Стандартные растворы цинка

Раствор А: 0,1 г цинка растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г цинка.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

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

Магний по ГОСТ 804.

Стандартные растворы магния

Раствор А: 0,1 г магния растворяют в 10 см^3 азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора А содержит 0,0001 г магния.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки.

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

Титан металлический.

Стандартные растворы титана

Раствор А: 1 г титана растворят при нагревании в 50 см^3 серной кислоты (1:4). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают серной кислотой (1:10) до метки.

1 см^3 раствора А содержит 0,01 г титана.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают серной кислотой (1:10) до метки.

1 см^3 раствора Б содержит 0,001 г титана.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Используемые навески сплавов приведены в табл. 1.

Таблица 1

Элемент	Массовая доля,%	Навеска,г	Вместимость мерной колбы,см^3
Хром	0,1—1,3	0,1	100
Никель	0,005—0,1	2	100
	0,1—0,9	0,1	100
	2,0—3,0	0,1	250
Кобальт	0,1—2,0	0,1	100
Железо	0,005—0,08	2	100
Цинк	0,0008—0,03	2	100
Магний	0,0005—0,01	2	100
	0,01—0,06	0,5	100
Титан	0,02—0,09	3	100
	0,5—2,0	0,5	100

3.2. Навеску сплава (см. табл. 1) помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10—30 см^3 азотной кислоты (1:1) и 1—3 см^3 фтористоводородной кислоты. Чашку охлаждают, приливают 10 см^3 серной кислоты (1:1) и упаривают до начала выделения густого белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают и остаток растворяют в 50 см^3 воды при нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу (см. табл. 1) и доливают водой до метки. Одновременно проводят контрольный опыт со всеми применяемыми кислотами.

3.3. Приготовление градуировочных растворов

При приготовлении градуировочных растворов вводят раствор элемента, который определяют в анализируемой пробе.

В мерные колбы вместимостью до 100 см^3 помещают аликвотные объемы стандартных растворов элементов, указанные в табл. 2, добавляют по 10 см^3 серной кислоты (1:1). Если масса навески составляет 0,5; 2 или 3 г, то во все колбы добавляют по 5, 20 или 30 см^3 стандартного раствора меди и доливают до метки водой.

Таблица 2

Аликвотные объемы стандартных растворов элементов,см^3							Концентрация элементов в градуировочных растворах, мкг/см^3						
хром	никель	кобальт	железо	цинк	магний	титан	хром	никель	кобальт	железо	цинк	магний	титан
Растворы Б													
1 4	1 5	1 5	1 5	1,6 4	1 4	0,6 2	1 4	1 5	1 5	1 5	0,16 0,4	0,1 0,4	6 20
Растворы А													
0,7 1,0 1,3	0,8 1,2 1,6 2,0	0,8 1,2 1,6 2,0	0,8 1,2 1,6	2 4 6	1 2 3	0,4 0,6 0,8 1,0	7 10 13	8 12 16 20	8 12 16 20	8 12 16	1 2 3	1 2 3	40 60 80 100

3.4. Измеряют атомную абсорбцию элементов в растворах анализируемых сплавов и в градуировочных растворах, регистрируя аналитические сигналы. Хром, никель, кобальт, железо, цинк и магний определяют в пламени ацетилен-воздух, титан — в пламени ацетилен-закись азота, используют аналитические линии, указанные в табл. 3. По полученным значениям строят градуировочные графики.

Таблица 3

	Определяемые элементы						
	хром	никель	кобальт	железо	цинк	магний	титан
Аналитическая линия,нм	357,9	232,0	240,7	248,3	213,9	285,2	365,3

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю элемента (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где C_1 — концентрация элемента в анализируемом растворе сплава, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

C_2 — концентрация элемента в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем анализируемого раствора, см^3;

m — масса навески сплава, г.

4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений d (d — показатель сходимости), рассчитанных по формулам:

$d = 0{,}0003 + 0{,}05X$ (для интервала 0,0005 — 0,005 %);
$d = 0{,}001 + 0{,}04X$ (для интервала 0,005—0,05 %);
$d = 0{,}003 + 0{,}05X$ (для интервала 0,05—0,5 %);
$d = 0{,}02 + 0{,}02X$ (для интервала 0,5—3 %),

где X — массовая доля элемента в сплаве, %.

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, рассчитанных по формулам:

$D = 0{,}0004 + 0{,}07X$ (для интервала 0,0005 — 0,005 %);
$D = 0{,}0014 + 0{,}05X$ (для интервала 0,005—0,05 %);
$d = 0{,}003 + 0{,}05X$ (для интервала 0,05—0,5 %);
$D = 0{,}03 + 0{,}03X$ (для интервала 0,5—3 %),

где X — массовая доля элемента в сплаве, %.

4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных другими методами в соответствии с ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 726

3. ВЗАМЕН ГОСТ 23859.11—79

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 123—98	Разд. 2	ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 804—93	Разд. 2	ГОСТ 4472—78	Разд. 2
ГОСТ 849—97	Разд. 2	ГОСТ 5457—75	Разд. 2
ГОСТ 859—2001	Разд. 2	ГОСТ 9293—74	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2	ГОСТ 10484—78	Разд. 2
ГОСТ 3640—94	Разд. 2	ГОСТ 23859.1—79	1.1
ГОСТ 4204—77	Разд. 2	ГОСТ 25086—87	1.1,4.4

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

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 23859.1—79 Бронзы жаропрочные. Метод определения меди 3
ГОСТ 23859.2—79 Бронзы жаропрочные. Методы определения кремния 6
ГОСТ 23859.3—79 Бронзы жаропрочные. Методы определения хрома 12
ГОСТ 23859.4—79 Бронзы жаропрочные. Метод определения фосфора 17
ГОСТ 23859.5—79 Бронзы жаропрочные. Методы определения железа 20
ГОСТ 23859.6—79 Бронзы жаропрочные. Метод определения никеля 24
ГОСТ 23859.7—79 Бронзы жаропрочные. Метод определения свинца 29
ГОСТ 23859.8—79 Бронзы жаропрочные. Методы определения циркония 32
ГОСТ 23859.9—79 Бронзы жаропрочные. Метод определения кобальта 39
ГОСТ 23859.10—79 Бронзы жаропрочные. Методы определения титана 41
ГОСТ 23859.11—90 Бронзы жаропрочные. Определение хрома, никеля, кобальта, железа, цинка, магния и титана методом атомно-абсорбционной спектрометрии 45

БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ

Методы анализа

БЗ 4—2001

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 25.03.2002. Подписано в печать 28.05.2002. Формат 60x84 1/8.
Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 5,58. Уч.-изд.л. 4,60. Тираж 800 экз. Зак. 1107.
Изд. № 2875/2. С 5988.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, 248021 Калуга, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru