Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БРОНЗЫ БЕЗОЛОВЯННЫЕ

Методы определения железа

ГОСТ 15027.3—77

Non-tin bronze.
Methods for the determination of iron

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт устанавливает титриметрические методы определения железа (при массовой доле железа от 0,4% до 7%), фотометрические методы определения железа (при массовой доле железа от 0,01% до 1%) и атомно-абсорбционный метод определения железа (при массовой доле железа от 0,01% до 7%) в бронзах безоловянных по ГОСТ 18175, ГОСТ 614 и ГОСТ 493.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 15027.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

2.1. Сущность метода

Метод основан на восстановлении трехвалентного железа до двухвалентного, титровании двухвалентного железа раствором двухромовокислого калия с потенциометрическим установлением конца титрования или визуальным способом с индикатором дифениламином или натриевой солью дифениламиносульфоновой кислоты.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Потенциометр с насыщенным каломельным электродом и платиновым индикаторным электродом.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1 : 1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Смесь кислот; готовят следующим образом: 300 $см^3$ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и 300 $см^3$ ортофосфорной кислоты разбавляют водой до 1 $дм^3$.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1 : 1.

Промывной раствор; готовят следующим образом: 5 $см^3$ раствора аммиака разбавляют водой до 1 $дм^3$.

Олово двухлористое ТУ 6—09—5384, раствор 100 г/$дм^3$ готовят следующим образом: 10 г препарата растворяют в 50 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и нагревают до прозрачного раствора. После охлаждения раствор доливают водой до 100 $см^3$.

Ртуть двухлористая, раствор 40 г/$дм^3$.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, 0,17 или 0,008 моль/$дм^3$ раствор; готовят следующим образом: взвешивают соответственно 4,9037 или 2,4519 г препарата, высушенного в течение 2 ч при

gost.e-ecolog.ru

(160±5) °С, растворяют в воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доливают до метки водой.

1 см^3 0,17 моль/дм^3 раствора соответствует 0,005584 г железа, а 1 см^3 0,008 моль/дм^3 раствора соответствует 0,002792 г железа.

Дифениламин по ТУ 6—09—54—40, раствор 10 г/дм^3 в концентрированной серной кислоте.

Натриевая соль дифениламиносульфоновой кислоты, раствор 2 г/дм^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

2.3. Проведение анализа

Навеску сплава массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, при нагревании. Раствор разбавляют водой приблизительно до 200 см^3, добавляют раствор аммиака до образования растворимого синего комплекса меди. Раствор выдерживают при (60±5) °С для коагуляции осадка гидроокиси железа.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности. Стакан и осадок промывают промывным раствором. Осадок растворяют в 20 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, фильтр промывают 5—6 раз горячей водой и повторяют осаждение гидроокиси железа до полного удаления ионов меди. Осадок после промывки промывным раствором растворяют в 10 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, и фильтр промывают горячей водой. Раствор нагревают до кипения, восстанавливают трехвалентное железо добавлением нескольких капель раствора двухлористого олова до обесцвечивания раствора и приливают 2—3 капли в избыток. Затем раствор охлаждают, добавляют 5 см^3 раствора двухлористой ртути, 15 см^3 смеси кислот, разбавляют водой приблизительно до 200 см^3 и титруют раствором двухромовокислого калия потенциометрически, применяя насыщенный каломельный электрод и индикаторный платиновый электрод, или прибавляют две капли раствора дифениламина или 1 см^3 раствора натриевой соли дифениламиносульфоновой кислоты и титруют до появления фиолетовой окраски раствора.

2.1—2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3.1. *Для бронз с массовой долей кремния до 0,05 %*

Навеску сплава массой 2 г (при массовой доле железа от 0,4% до 3%) и массой 1 г (при массовой доле железа свыше 3% до 7%) помещают в стакан вместимостью 400 см^3 и растворяют при нагревании в 20 или 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. Затем добавляют 5 г хлористого аммония и воды до 200 см^3.

2.3.2. *Для бронз с массовой долей кремния свыше 0,05%*

Навеску сплава массой 2 г (при массовой доле железа от 0,4% до 3%) и массой 1 г (при массовой доле железа свыше 3% до 7%) помещают в платиновую чашку и добавляют 20 или 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, и 10—5 капель фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. Затем добавляют 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и упаривают до белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, растворяют в воде, раствор переносят в стакан вместимостью 400 см^3 и, если необходимо, фильтруют. К фильтрату добавляют 5 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, воды до 200 см^3, 5 г хлористого аммония и раствор аммиака до образования синего комплекса меди.

2.3.1, 2.3.2. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

2.4. Обработка результатов

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

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

где V — объем 0,17 или 0,008 моль/дм^3 раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование, см^3;

m_1 — масса железа, соответствующая 1 см^3 0,17 или 0,008 моль/дм^3 раствора двухромовокислого калия, г;

m — масса навески сплава, г.

2.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	d, %	D, %	Массовая доля железа, %	d, %	D, %
От 0,01 до 0,03	0,003	0,007	Св. 0,4 до 1,0	0,03	0,07
Св. 0,03 » 0,05	0,005	0,01	» 1,0 » 3,0	0,05	0,1
» 0,05 » 0,10	0,008	0,02	» 3,0 » 5,0	0,10	0,2
» 0,10 » 0,20	0,015	0,04	» 5,0 » 7,0	0,15	0,4
» 0,2 » 0,4	0,02	0,05			

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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* — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

2.4.4. Контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке или сопоставлением результатов анализа, полученных титриметрическим и атомно-абсорбционным методами в соответствии с ГОСТ 25086.

2.4.3, 2.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

3.1. Сущность метода

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

3.2. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

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

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

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор 100 г/дм^3.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652; 0,025 моль/дм^3 раствор; готовят следующим образом: 9,305 г трилона Б растворяют в 500 см^3 воды при нагревании, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доливают до метки водой.

Железо, стандартный образец (СО) № 126 (сталь низкоуглеродистая).

Стандартный раствор железа; готовят следующим образом: 1,005 г СО № 126 растворяют при нагревании в 20 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. 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 содержит 0,001 г железа.

Установка титра раствора трилона Б

10 см^3 стандартного раствора железа помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 20 см^3 воды и нейтрализуют раствором аммиака, разбавленным 1:1, до перехода синей окраски индикаторной бумаги конго в сиреневую, затем прибавляют 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1 : 4, доливают водой до 100 см^3 и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.

3.3. 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 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, в стакане вместимостью 300 см^3, разбавляют водой приблизительно до 200 см^3 и добавляют раствор аммиака до образования растворимого синего аммиачного комплекса меди. Раствор выдерживают при (60±5) °С для коагуляции 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 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1.

Фильтр промывают горячей водой и повторяют осаждение гидроокиси железа раствором аммиака, фильтрование и промывание осадка. Осадок гидроокиси железа с фильтра смывают горячей водой в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 10 см^3 горячей 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 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:4, доливают до 100 см^3 и нагревают до 70 °С. Приливают 5 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты и титруют горячий раствор раствором трилона Б до перехода окраски из буро-красной в лимонно-желтую.

3.4. Обработка результатов

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

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

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3;

m_1 — масса железа, соответствующая 1 см^3 0,025 моль/дм^3 раствора трилона Б, г;

m — масса навески сплава, г.

3.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

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 — показатель воспроизводимости), не должны превышать значений, приведенных в табл. 1.

3.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по п. 2.4.4.

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

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ 1,10-ФЕНАНТРОЛИНОВЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

4.1. Сущность метода

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

4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

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.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Аммоний — алюминий сернокислый (алюмоаммонийный квасцы) по ГОСТ 4238, раствор, готовят следующим образом: 10 г квасцов растворяют в 1 дм^3 воды с 10 см^3 концентрированной серной кислоты.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, раствор 100 г/дм^3.

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

1,10-фенантролин, раствор; готовят следующим образом: 2,5 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.

α, α'-дипиридил, раствор; готовят следующим образом: 1,5 г α, α'-дипиридила растворяют, нагревая в небольшом количестве воды с несколькими каплями 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.

Реакционная смесь, свежеприготовленная; готовят следующим образом: одну часть раствора солянокислого гидроксиламина смешивают с одной частью 1,10-фенантролина или α, α'-дипиридила и с двумя частями буферного раствора.

Стандартные растворы железа.

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 см^3 раствора А содержит 0,0005 г железа.

Раствор Б; готовят в день применения следующим образом: 5 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,000025 г железа.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.3. Проведение анализа

4.3.1. *Для бронз, не содержащих кремний*

Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, накрывают часовым стеклом и осторожно растворяют при нагревании в 15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. Стакан с раствором охлаждают, обмывают стенки стакана и стекло небольшим количеством воды и раствор разбавляют водой до 150 см^3. Прибавляют 5 см^3 раствора алюмоаммонийных квасцов (для бронз, не содержащих алюминий), 10 см^3 раствора азотнокислого аммония 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, разбавленным 1:50. Осадок растворяют 10 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, фильтр тщательно промывают горячей водой, собирая фильтрат в стакан, в котором проводилось осаждение, и вновь осаждают гидроокиси железа и алюминия аммиаком. Осадок отфильтровывают, промывают раствором аммиака, разбавленным 1:50, растворяют 10 см^3 горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, и фильтр промывают горячей водой, собирая фильтрат в стакан, в котором проводилось осаждение. Раствор переводят в мерную колбу, разбавляют до соответствующего объема и в зависимости от содержания железа в бронзе отбирают аликвотную часть в соответствии с табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля железа, %	Объем раствора, 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	100	10	0,05
» 0,2 » 0,5	100	5	0,025
» 0,5 » 1,0	200	5	0,0125

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 и 12 см^3 реакционной смеси, доливают до метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре в кювете длиной 1 см при $\lambda = 510$ нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3.2. *Для кремнистых бронз*

Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1:1, и 2—3 см^3 фтористоводородной кислоты. После растворения навески раствор охлаждают, добавляют 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, осторожно обмывают стенки чашки водой и растворяют соли в воде при нагревании. Раствор переводят в стакан вместимостью

250 см^3, разбавляют водой до 150 см^3, прибавляют 5 см^3 раствора алюмоаммонийных квасцов и далее анализ ведут, как указано в п. 4.3.1.

4.3.3. *Для свинцовых бронз*

Навеску бронзы массой 0,5 г растворяют в 15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, при нагревании в стакане вместимостью 250 см^3. После растворения удаляют окислы азота кипячением и переводят раствор в мерную колбу, разбавляют до соответствующего объема и в зависимости от содержания железа в бронзе отбирают аликвотную часть, как указано в табл. 3.

Аликвотную часть раствора помещают в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 10 см^3 прокипяченной азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают воду до объема около 100 см^3 и выделяют медь и свинец электролизом на платиновые цилиндрические электроды в течение 30 мин. После окончания электролиза обмывают электроды небольшим количеством воды в тот же стакан, приливают 5 см^3 раствора алюмоаммонийных квасцов и далее анализ ведут, как указано в п. 4.3.1.

4.3.4. *Для бронз с массовой долей олова, сурьмы и свинца свыше 0,05 %*

Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют в 15 см^3 смеси для растворения при нагревании. При неполном растворении по каплям осторожно добавляют бром. После растворения добавляют 10 см^3 хлорной кислоты и упаривают раствор при умеренном нагревании до выделения густого белого дыма хлорной кислоты и осветления раствора. Осадок охлаждают, ополаскивают стенки стакана водой, доливают водой до объема 30 см^3 и нагревают до растворения солей. Добавляют 5 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, 50 см^3 воды и кипятят. После охлаждения раствор фильтруют через плотный фильтр и промывают его 3—5 раз горячей водой. Фильтр отбрасывают. К фильтрату добавляют 5 см^3 раствора алюмоаммонийных квасцов и далее анализ проводят, как указано в п. 4.3.1.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.4. 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. 4.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий железа.

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

4.5. Обработка результатов

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

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

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

m_1 — масса навески сплава, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.5.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.5.3. Абсолютные 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, приведенных в табл. 1.

4.5.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализа, полученных фотометрическим и атомно-абсорбционным методами в соответствии с ГОСТ 25086.

4.5.3, 4.5.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

5. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ СУЛЬФОСАЛИЦИЛАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

5.1. 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.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

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

Квасцы алюмоаммонийные по ГОСТ 4238, раствор; готовят следующим образом: 10 г квасцов растворяют в 1 $дм^3$ воды с добавлением 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, свежеприготовленный раствор 100 $г/дм^3$.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор 200 $г/дм^3$.

Стандартные растворы железа.

Раствор А; готовят следующим образом: 1,005 г стандартного образца № 126 (сталь низкоуглеродистая) растворяют в 20 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Полученный 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; готовят в день применения. Для этого 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.

5.3. Проведение анализа

5.3.1. *Для сплавов, не содержащих кремний*

Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании в 15 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1. После растворения пробы ополаскивают стекло и стенки стакана небольшим количеством воды, добавляют 5 $см^3$ раствора алюмоаммонийных квасцов (для бронз, не содержащих алюминия), раствор разбавляют водой до 100 $см^3$, нагревают до 60—70 °С и добавляют аммиак, разбавленный 1:1, до образования растворимого синего комплекса меди. Раствор выдерживают при 50—60 °С для коагуляции осадка гидроокисей железа и алюминия. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, стакан и раствор промывают горячим раствором аммиака, разбавленного 1:50. Осадок растворяют в 10 $см^3$ горячей соляной кислоты, разбавленной 1:1, фильтр тщательно промывают горячей водой в стакан, где проводилось осаждение, и снова проводят осаждение и растворение гидроокисей.

Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

В зависимости от содержания железа в пробе отбирают аликвотную часть раствора в соответствии с табл. 5.

Таблица 5

Массовая доля железа, %	Аликвотная часть раствора, $см^3$	Масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г
До 0,05	—	Весь раствор
Св. 0,05 до 0,1	50	0,5
» 0,1 » 0,25	20	0,2
» 0,25 » 0,5	10	0,1
» 0,5 » 1	5	0,05

Аликвотную часть раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и разбавляют водой до 50 $см^3$ (для марганцовистых бронз добавляют 2 $см^3$ раствора солянокислого гидроксиламина). Через 2 мин добавляют 15 $см^3$ раствора сульфосалициловой кислоты, нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1:1, до устойчивого желтого цвета и добавляют 3—4 $см^3$ аммиака в избыток. Затем раствор доливают до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре в кювете длиной 1 см при $\lambda = 425$ нм или на фотоэлектроколориметре с фиолетовым светофильтром ($\lambda = 400$ нм) в кювете длиной 2 см.

Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

5.3.2. *Для кремнистых бронз*

Навеску бронзы массой 1 г помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты и 2—3 см^3 фтористоводородной кислоты. После растворения навески раствор охлаждают, добавляют 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, осторожно обмывают стенки чашки водой и растворяют соли в воде при нагревании.

Раствор переводят в стакан вместимостью 250 см^3, разбавляют водой до 150 см^3, прибавляют 5 см^3 раствора алюмоаммонийных квасцов и далее анализ ведут, как указано в п. 5.3.1.

5.3.3. *Для свинцовых бронз*

Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см^3, накрывают часовым стеклом и растворяют при нагревании в 15 см^3 азотной кислоты, разбавленной 1 : 1. После растворения пробы удаляют окислы азота кипячением и раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

В зависимости от содержания железа в пробе отбирают аликвотную часть в соответствии с табл. 5 в стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 10 см^3 прокипяченной азотной кислоты, разбавленной 1:1, доливают воды до объемы около 100 см^3 и выделяют медь и свинец электролизом на платиновые цилиндрические электроды в течение 30 мин. По окончании электролиза обмывают электроды небольшим количеством воды в тот же стакан, приливают 5 см^3 раствора алюмоаммонийных квасцов, раствор нагревают до 60—70 °С и далее анализ ведут, как указано в п. 5.3.1.

5.4. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью по 100 см^3 приливают из микробюретки последовательно 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора Б, разбавляют водой до 50 см^3 и далее анализ ведут, как указано в п. 5.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий железа.

По найденным значениям оптических плотностей строят градуировочный график.

5.5. Обработка результатов

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

$$X_3 = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

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

m_1 — масса навески, соответствующая аликвотной части, г.

5.5.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.5.3. Абсолютные 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. 1.

5.5.4. Контроль точности результатов анализа проводят по п. 4.5.4.

5.5.3, 5.5.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

6.1. Сущность метода

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

6.2. 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 и растворы 2 и 1 моль/дм^3.

Смесь кислот; готовят следующим образом: объем азотной кислоты смешивают с тремя объемами соляной кислоты.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Водорода перекись по ГОСТ 10929.

Железо металлическое с массовой долей железа не менее 99,9%.

Стандартные растворы железа.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5 г железа растворяют при нагревании в 20 см^3 соляной кислоты с добавлением нескольких капель раствора перекиси водорода. Удаляют кипячением избыток перекиси водорода, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 раствора А содержит 0,0005 г железа.

Раствор Б; готовят следующим образом: 20 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10 см^3 раствора 2 моль/дм^3 соляной кислоты и доливают водой до метки.

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

6.3. Проведение анализа

6.3.1. *Для бронз с массовой долей олова и кремния до 0,05 %*

Навеску сплава массой, указанной в табл. 7, помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты.

Таблица 7

Массовая доля железа, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части раствора, см^3	Объем 2 моль/дм^3 раствора соляной кислоты, см^3	Объем раствора после разбавления, см^3
От 0,01 до 0,2	1	—	—	100
Св. 0,2 » 2	1	10	10	100
» 2 » 7	0,5	10	25	250

Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки. При массовой доле железа свыше 0,2% 10 см^3 раствора пробы переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 7), добавляют указанный в табл. 7 объем 2 моль/дм^3 раствора соляной кислоты и доливают водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию железа в пламени ацетилен—воздух при длине волны 248,3 или 372 нм параллельно с градуировочными растворами.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.3.2. *Для бронз с массовой долей олова свыше 0,05 %*

Навеску сплава массой, указанной в табл. 7, помещают в стакан вместимостью 250 см^3 и растворяют при нагревании в 10 см^3 смеси кислот. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, стенки стакана ополаскивают раствором 1 моль/дм^3 соляной кислоты и доливают до метки той же кислотой. При массовой доле железа свыше 0,2% 10 см^3 раствора пробы переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 7) и доливают до метки раствором 1 моль/дм^3 соляной кислоты.

Измеряют атомную абсорбцию железа, как указано в п. 6.3.1.

6.3.3. *Для бронз с массовой долей кремния свыше 0,05%.*

Навеску сплава массой, указанной в табл. 7, помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты и 2 см^3 фтористоводородной кислоты. После растворения добавляют 10 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 1, и раствор выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, ополаскивают стенки чашки водой и вновь выпаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают и растворяют в воде при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доливают водой до метки. При массовой доле железа свыше 0,2% 10 см^3 раствора пробы переносят в соответствующую мерную колбу (см. табл. 7), доливают указанное в табл. 7 количество 2 моль/дм^3 раствора соляной кислоты и разбавляют водой до метки. Измеряют атомную абсорбцию железа, как указано в п. 6.3.1.

6.3.4. *Построение градуировочного графика*

В двенадцать из тринадцати мерных колб вместмостью по 100 см^3 помещают 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 и 8,0 см^3 стандартного раствора Б, 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0 и 5,0 см^3 стандартного раствора А. Во все колбы добавляют по 10 см^3 2 моль/дм^3 раствора соляной кислоты и доливают водой до метки.

Измеряют атомную абсорбцию железа, как указано в п. 6.3.1.

По полученным данным строят градуировочный график.

6.4. Обработка результатов

6.4.1. Массовую долю железа (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация железа, найденная по градуировочному графику, г/см^3;

V — объем конечного раствора пробы, см^3;

m — масса навески, содержащаяся в конечном объеме раствора, г.

6.4.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.4.3. Абсолютные 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, приведенных в табл. 1.

6.4.4. *Контроль точности результатов анализа*

Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам безоловянных бронз, аттестованным в установленном порядке, или сопоставлением результатов анализа, полученных атомно-абсорбционным и фотометрическим методами анализа в соответствии с ГОСТ 25086.

6.4.3, 6.4.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

7. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ СУЛЬФОСАЛИЦИЛАТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА В КИСЛОЙ СРЕДЕ

7.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в красно-фиолетовый цвет комплекса трехвалентного железа с сульфосалициловой кислотой в кислой среде в измерении оптической плотности окрашенного раствора.

7.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Смесь кислот для растворения: 5 частей концентрированной азотной кислоты смешивают с 3 частями концентрированной соляной кислоты.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 50 г/дм^3.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, раствор 100 г/дм^3; готовят следующим образом: 10 г препарата растворяют в 60 см^3 воды, нейтрализуют раствором аммиака до pH 2—3 (по универсальной индикаторной бумаге) фильтруют и разбавляют водой до 100 см^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Стандартные растворы железа — по п. 5.2.

Медь марки МО по ГОСТ 859.

7.3. Проведение анализа

Для бронз, кроме кремнистых и свинцовистых.

Навеску бронзы массой 1 г при массовой доле железа от 0,01% до 0,1%; 0,5 г — от 0,1% до 0,2%; 0,25 г — от 0,2% до 0,4% и 0,1 г — от 0,1% до 1% помещают в стакан вместимостью 150 см^3, добавляют 8 см^3 смеси кислот и растворяют сначала на холоде, а затем при нагревании. После растворения навески удаляют оксиды азота кипячением в течение 1—1,5 мин. Раствор охлаждают, разбавляют водой до 40—50 см^3, добавляют 5 см^3 раствора винной кислоты и нейтрализуют раствором аммиака до начала выпадения основных солей меди и немедленно вновь переводят их в раствор осторожным добавлением при перемешивании соляной кислоты (1 : 1). После растворения осадка добавляют 18 капель избытка той же кислоты. Раствор охлаждают, добавляют 6 см^3 сульфосалициловой кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром в кювете 2 см или на спектрофотометре при $\lambda_{макс}$ = 490 нм в кювете 1 см. Раствором сравнения является проба того же сплава, проведенная через весь ход анализа, но без добавления сульфосалициловой кислоты.

7.4. Построение градуировочного графика

В зависимости от массовой доли железа в стаканы вместимостью по 150 см^3 помещают навеску меди (от 0,1 до 1 г), добавляют последовательно 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см^3 стандартного раствора Б железа и по 8 см^3 смеси кислот и далее проводят анализ, как указано в п. 7.3.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий железа, в который не добавляют раствор сульфосалициловой кислоты.

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

7.5. Обработка результатов

7.5.1. Массовую долю железа (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — массовая доля железа, найденная по градуировочному графику, г;

m — масса навески сплава, г.

7.5.2. Абсолютные расхождения результатов параллельных определений (d — показатель сходимости) не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 1.

7.5.3. Абсолютные 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, приведенных в табл. 1.

7.5.4. Контроль точности результатов анализа проводят по п. 4.5.4.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 20.06.77 № 1614**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 15027.3—69**

4. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 1534—79**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 61—75	4.2	ГОСТ 4478—78	3.2, 5.2, 7.2
ГОСТ 199—78	4.2	ГОСТ 5456—79	4.2, 5.2
ГОСТ 493—79	Вводная часть	ГОСТ 5817—77	7.2
ГОСТ 614—97	Вводная часть	ГОСТ 6552—80	2.2
ГОСТ 859—2001	7.2	ГОСТ 10484—78	2.2, 6.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2, 6.2, 7.2	ГОСТ 10652—73	3.2
		ГОСТ 10929—76	6.2
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2, 4.2, 5.2, 7.2	ГОСТ 18175—78	Вводная часть
ГОСТ 3773—72	2.2	ГОСТ 18300—87	2.2, 4.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 4.2, 5.2, 6.2	ГОСТ 22867—77	4.2
ГОСТ 4220—75	2.2	ГОСТ 25086—87	1.1, 2.4.4
ГОСТ 4238—77	4.2, 5.2	ТУ 6—09—5384—88	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, 4.2, 5.2, 6.2, 7.2	ТУ 6—09—5446—89	2.2

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)**

7. **ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в феврале 1983 г., марте 1988 г. (ИУС 6—83, 6—88)**

gost.e-ecolog.ru