

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.

С. 2 ГОСТ 1953.7—79

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 образом: 272 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см³ воды, прибавляют 240 см³ уксусной кислоты, фильтруют и доливают водой до 1 дм³.

Смесь реагентов, 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 аликовтной части раствора, см ³
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 °C 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 реагентов, 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 кислотой, 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. О б р а т к а р е з у л т а т о в

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.

Т а б л и ц а 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/дм³.

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 дм³ воды с 10 см³ 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 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. Полученный раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г железа.

Раствор Б; готовят следующим образом: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ 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 см³, добавляют 30 см³ 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 см³ 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 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, стакан и осадок промывают 3—5 раз раствором аммиака, разбавленным 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 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 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 15 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, аммиак до появления желтой окраски и 3 см³ 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. Аликовотную 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.

(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 аликовотную 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. О б р а б о т к а р е з у л т а т о в

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 аликовотной 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-АБСОРБИОННЫЙ 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.

С. 6 ГОСТ 1953.7—79

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, см ³	Объем стандартного раствора меди, см ³
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)