



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

**СПЛАВЫ И ПОРОШКИ ЖАРОПРОЧНЫЕ,
КОРРОЗИОННОСТОЙКИЕ, ПРЕЦИЗИОННЫЕ
НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ**

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

ГОСТ 29095—91

Издание официальное

24 p. БЗ 7—91/697

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР

Москва

**СПЛАВЫ И ПОРОШКИ ЖАРОПРОЧНЫЕ,
КОРРОЗИОННОСТОЙКИЕ, ПРЕЦИЗИОННЫЕ
НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ**

Методы определения железа

Nickel-based precision, corrosion-resistant,
heat-resistant alloys and powders.
Methods of iron determination**ГОСТ
29095—91**

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле железа от 0,05 до 3%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле железа от 0,05 до 20%) методы определения железа.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — ГОСТ 28473.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**2.1. Сущность метода**

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения железа (II) с 1,10-фенантролином или с 2,2-дипиридилем при $\text{pH}=3-3,5$. Масса железа составляет 40—150 мкг в 100 см³ раствора.

Для восстановления железа применяют гидроксилamina гидрохлорид.

Железо от хрома, меди, никеля, кобальта отделяют осаждением аммиаком после окисления хрома и кобальта надсернокислым аммонием. Вольфрам отделяют в виде вольфрамовой кислоты.

2.2. Аппаратура, реактивы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 14261 и разбавленная 1:1, 1:20.

Кислота азотная по ГОСТ 11125.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

Смесь кислот (I): 8 частей соляной кислоты смешивают с 1 частью азотной кислоты.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1991

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Смесь кислот (II): 3 части соляной кислоты смешивают с 1 частью азотной кислоты.

Аммоний-алюминий сернокислый (алюмоаммонийные квасцы) по ГОСТ 4238, раствор 50 г/дм³. 50 г квасцов растворяют в 150—200 см³ воды с добавлением 25 см³ серной кислоты (1:1) и доливают водой до 1 дм³.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 2,5 г/дм³.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478, раствор 250 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:20.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор 50 г/дм³.

Бумага индикаторная универсальная.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм³ свежеприготовленный.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор 500 г/дм³.

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 100 г/дм³.

1,10-фенантролин, раствор 5 г/дм³ в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм³.

2,2-дипиридил (альфа, альфа-дипиридил), раствор 5 г/дм³.

Железо карбонильное особо чистое.

Стандартные растворы железа.

Раствор А. 1 г карбонильного железа помещают в стакан и растворяют при слабом нагревании в 30 см³ соляной кислоты. После полного растворения навески прибавляют по каплям азотную кислоту до прекращения всенивания и избыток 2—3 капли. Раствор нагревают до удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,001 г железа.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, прибавляют 50 см³ соляной кислоты (1:1), доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г железа.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Масса навески пробы в зависимости от массовой доли железа приведена в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Масса навески г	Аликвотная часть раствора, см ³	Масса навески в аликвотной части, г
От 0,05 до 0,15 включ	0,5	20	0,1
Св. 0,15 » 0,3 »	0,5	10	0,05
» 0,3 » 1,0 »	0,2	10	0,02
» 1,0 » 3,0 »	0,1	5	0,005

2.3.2. Определение железа в сплавах, не содержащих вольфрам

Навеску сплава (табл. 1) помещают в стакан и растворяют при умеренном нагревании в 20—40 см³ смеси кислот (I или II). Раствор охлаждают, приливают 15—20 см³ серной кислоты (1:1) и выпаривают до паров серной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают до паров серной кислоты. Соли растворяют в 50—60 см³ воды при нагревании и при массовой доле железа до 0,2% прибавляют 3 см³ алюмоаммонийных квасцов, раствор разбавляют горячей водой до 200—250 см³.

К раствору пробы, содержащей хром, прибавляют 10 см³ раствора азотнокислого серебра и нагревают почти до кипения. К горячему раствору осторожно приливают 15—45 см³ раствора надсерникоислого аммония, нагревают до полного окисления хрома и марганца, кипятят 3—5 мин до разрушения избытка надсерникоислого аммония. К кипящему раствору прибавляют 5—10 см³ раствора хлористого натрия и кипятят до полного восстановления марганцевой кислоты.

К раствору приливают раствор аммиака до выпадения осадка гидроокисей и избыток 5—10 см³. Раствор с осадком осторожно доводят до кипения и выдерживают в теплом месте 5—10 мин до коагуляции осадка.

Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, стакан и осадок на фильтре промывают пять-восемь раз горячим раствором аммиака (1:20). Фильтрат отбрасывают. Осадок на фильтре растворяют в 30—50 см³ горячей соляной кислоты (1:1) в стакане, в котором проводилось осаждение гидроокисей. Фильтр тщательно промывают горячей водой и отбрасывают.

В случае недостаточно полного отделения хрома и никеля от железа, к раствору приливают 20—25 см³ серной кислоты (1:1), выпаривают до паров серной кислоты и проводят повторное окисление хрома, осаждение и растворение гидроокисей, как указано выше.

Полученный раствор упаривают до 50—60 см³, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора (табл. 1) помещают в стакан, приливают 3 см³ раствора винной кислоты, 10 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида. Раствор перемешивают, нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия до pH=3—3,5 (по универсальной индикаторной бумаге) и прибавляют 2 см³ его в избыток. Затем прибавляют 10 см³ раствора 1,10-фенантролина или 10 см³ раствора 2,2-дипиридила, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность раствора измеряют через 1 ч при длине волны 510—520 нм относительно раствора сравнения. В качестве раствора

сравнения используют аликвотную часть анализируемого раствора, в которую прибавляют все реактивы, за исключением 1,10-фенантролина или 2,2-дипиридила.

Одновременно с анализируемой пробой проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

Массу железа находят по градуировочному графику с учетом контрольного опыта.

2.3.3. Определение железа в сплавах, содержащих вольфрам

После растворения навески, как указано в п. 2.3.2, раствор нагревают до выпадения осадка вольфрамовой кислоты. Добавляют 5—10 см³ азотной кислоты и снова нагревают раствор до получения осадка вольфрамовой кислоты желтого цвета.

Раствор выпаривают до влажных солей, приливают 10 см³ соляной кислоты, нагревают до растворения солей, приливают 100—120 см³ горячей воды и оставляют на теплой плите в течение часа.

Осадок вольфрамовой кислоты отфильтровывают на двойной плотный фильтр, содержащий фильтробумажную массу и тщательно промывают восемь-десять раз горячей соляной кислотой (1:20). Фильтр с осадком вольфрамовой кислоты отбрасывают. Фильтрат и промывные воды сохраняют.

К полученному раствору приливают 15—20 см³ серной кислоты (1:1) и выпаривают до паров серной кислоты. стакан охлаждают, обмывают стенки водой и вновь выпаривают до паров серной кислоты. Соли растворяют в 50—60 см³ воды при нагревании, и при массовой доле железа до 0,2% прибавляют 3 см³ алюмоаммонийных квасцов. Раствор разбавляют горячей водой до 200—250 см³ и далее поступают, как указано в п. 2.3.2.

2.3.4. Построение градуировочного графика

В стаканы помещают 3; 5; 10; 15; 20 см³ стандартного раствора железа с концентрацией 0,00001 г/см³, прибавляют 3 см³ винной кислоты и далее поступают, как указано в п. 2.3.2. В качестве раствора сравнения используют раствор, содержащий все реактивы, кроме стандартного раствора железа.

2.4. Обработка результатов

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

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

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

m — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на измерении при длине волны 248,3 нм степени поглощения резонансного излучения свободными атомами железа, образующимися при распылении анализируемого раствора в пламени воздух-ацетилен.

3.2. Аппаратура, реактивы

Атомно-абсорбционный пламенный спектрофотометр.

Лампа с полым катодом для определения железа.

Баллон с ацетиленом.

Компрессор, обеспечивающий подачу сжатого воздуха или баллон со сжатым воздухом.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:4.

Железо карбонильное, особо чистое.

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 1 г карбонильного железа, взвешенного с точностью 0,0002 г, растворяют в 20—30 см³ соляной кислоты и осторожно по каплям прибавляют 5—7 см³ азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³; доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ стандартного раствора А содержит 2 мг железа.

Раствор Б: 10 см³ стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Готовят перед применением.

1 см³ стандартного раствора Б содержит 0,2 мг железа.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Масса навески сплава и разбавление растворов в зависимости от массовой доли железа приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Масса навески, г	Вместимость мерной колбы, см ³	Объем аликвотной части, см ³	Вместимость мерной колбы, см ³
От 0,05 до 0,3 включ	0,5	100	—	—
Св. 0,3 » 1,0 »	0,2	100	—	—
» 1,0 » 3,0 »	0,1	200	—	—
» 3,0 » 5,0 »	0,1	250	—	—
» 5,0 » 10,0 »	0,1	500	—	—
» 10,0 » 20,0 »	0,2	200	10	100

Допускается другое разбавление растворов, обеспечивающее нормируемую в стандарте точность.

Навеску сплава помещают в стакан или колбу вместимостью 150—300 см³ и растворяют при умеренном нагревании в 15—30 см³ соляной и 5—10 см³ азотной кислот. Раствор осторожно упаривают до влажных солей, прибавляют 5 см³ соляной кислоты и растворяют соли.

Допускаются другие способы растворения, обеспечивающие полное разложение навески и не требующие изменений в дальнейших операциях анализа.

При наличии в пробе титана и ниобия раствор после растворения навески охлаждают, добавляют серную кислоту (1 : 4) из расчета 10 см³ на каждые 100 см³ конечного объема и упаривают до паров серной кислоты. Приливают 50—60 см³ воды и растворяют соли при нагревании.

Полученный раствор переносят в мерную колбу (табл. 2), доливают до метки водой и перемешивают. Часть раствора фильтруют через два сухих фильтра, отбрасывая первые порции фильтрата.

Одновременно с анализируемой пробой проводят контрольный опыт на загрязнение реактивов.

3.3.2. Приготовление растворов для градуировочного графика

3.3.2.1. Для сплавов с массовой долей железа до 5,0%

В пять мерных колб вместимостью 100 см³ последовательно приливают 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10 см³ стандартного раствора Б. Шестую колбу используют для проведения контрольного опыта

3.3.2.2. Для сплавов с массовой долей железа свыше 5,0%

В семь мерных колб вместимостью 100 см³ последовательно приливают 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 см³ стандартного раствора Б. Восьмую колбу используют для проведения контрольного опыта.

3.3.2.3. В каждую колбу, подготовленную в соответствии с пп. 3.3.2.1 и 3.3.2.2, приливают по 5 см³ соляной кислоты или по 10 см³ серной кислоты (1 : 4), доливают до метки водой и перемешивают.

3.3.3. Подготовка прибора и измерение атомной абсорбции

Прибор готовят к работе в соответствии с прилагаемой инструкцией. Настраивают спектрофотометр на резонансную линию 248,3 нм. После включения системы подачи газов и зажигания горелки распыляют воду в пламя и устанавливают нуль прибора. Распыляют в пламя раствор контрольного опыта, затем растворы для градуировочного графика и испытуемые растворы в порядке увеличения концентрации железа. Проводят измерение до получения стабильных показаний для каждого раствора. Перед введением в пламя каждого анализируемого раствора распыляют в пламя воду и проверяют нуль прибора. Из среднего значения абсорб-

ции каждого из анализируемых растворов вычитают среднее значение абсорбции контрольного опыта и массовую концентрацию железа находят по градуировочному графику.

3.3.4. По найденным значениям абсорбции градуировочных растворов с учетом значения абсорбции контрольного опыта и соответствующим концентрациям железа строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot 10^6} \cdot 100,$$

где m_1 — количество железа, найденное по градуировочному графику, мкг/см³;

V — объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески, г (с учетом разбавления раствора).

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли железа приведены в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля железа, %	Погрешность результатов анализа, % Δ	Допускаемые расхождения, %			результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения δ
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях d_k	двух параллельных определений d_2	трех параллельных определений d_3	
От 0,05 до 0,1 включ.	0,017	0,022	0,018	0,022	0,011
Св 0,1 » 0,2 »	0,024	0,030	0,025	0,031	0,016
» 0,2 » 0,5 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,03
» 0,5 » 1,0 »	0,06	0,07	0,06	0,07	0,04
» 1 » 2 »	0,08	0,10	0,08	0,10	0,05
» 2 » 5 »	0,12	0,16	0,13	0,16	0,08
» 5 » 10 »	0,17	0,22	0,18	0,22	0,11
» 10 » 20 »	0,24	0,30	0,25	0,31	0,16

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР РАЗРАБОТЧИКИ

В. П. Замараев, В. Т. Абабков, Н. А. Панарина, А. А. Сахарнов, Т. Ф. Рыбина, Л. Н. Дмигрова, Н. Н. Алексеева, Н. Д. Заюкова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 04.09.91 № 1419

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 199—78	2 2
ГОСТ 1277—75	2 2
ГОСТ 3118—77	3 2
ГОСТ 3760—79	2 2
ГОСТ 4204—77	2 2, 3 2
ГОСТ 4233—77	2 2
ГОСТ 4238—77	2 2
ГОСТ 4461—77	3 2
ГОСТ 5456—79	2 2
ГОСТ 5817—77	2 2
ГОСТ 11125—84	2 2
ГОСТ 14261—77	2 2
ГОСТ 20478—75	2 2
ГОСТ 28473—90	Разд 1

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *В. М. Смирнова*

Сдано в наб. 04.09.91 Подп. в печ. 25.11.91 1,25 усл. п. л. 1,38 усл. кр.-отт, 1,11 уч.-изд л.
Тир. 520 экз. Цена 24 р

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 657