

**БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ****Методы определения железа**

Bronze fire-resistance. Methods for the determination of iron

**ГОСТ**  
**23859.5—79**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 октября 1979 г. № 3937 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.  
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения железа (при массовой доле железа от 0,01 до 0,06%).

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 23859.0—79.

**2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА  
С ПРИМЕНЕНИЕМ 1,10-ФЕНАНТРОЛИНА ИЛИ 2,2'-ДИПИРИДИЛА****2.1. Сущность метода**

Метод основан на предварительном выделении железа соосаждением с гидроокисью алюминия и образовании железом (II) окрашенного комплекса с 1,10-фенантролином или 2,2' — дипиридилом при pH 5 в присутствии солянокислого гидроксиламина и измерении оптической плотности раствора.

**2.2. Аппаратура, реактивы и растворы**

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Аммиак по ГОСТ 3760—64, разбавленный 1 : 1 и 1 : 100.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.



Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 18300—72.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, раствор в этиловом спирте, 1 г/л.

Аммоний-алюминий сернокислый (алюмо-аммонийные квасцы) по ГОСТ 4238—77, раствор: 10 г квасцов растворяют в 1 л воды с добавлением 10 мл концентрированной серной кислоты.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—65, раствор 10 г/л, свежеприготовленный.

1,10-фенантролин гидрохлорид, раствор: 1,5 г 1,10-фенантролина растворяют, нагревая в небольшом количестве воды с несколькими каплями соляной кислоты, и разбавляют водой до 1 л. Сохраняют в темном сосуде.

2,2'-дипиридил, раствор: 1,5 г 2,2'-дипиридила растворяют в небольшом количестве воды при нагревании с добавлением нескольких капель соляной кислоты и разбавляют водой до 1 л. Сохраняют в темном сосуде.

Буферный раствор; готовят следующим образом: 272 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 мл воды, прибавляют 240 мл уксусной кислоты, фильтруют и доливают водой до 1 л.

Смесь реактивов свежеприготовленная: одну часть раствора солянокислого гидроксиламина смешивают с одной частью 1,10-фенантролина или 2,2'-дипиридила и с тремя частями буферного раствора.

Стандартные растворы железа.

Раствор А. 0,5025 г стандартного образца стали низкоуглеродистой № 126 или карбонильного железа растворяют в 20 мл азотной кислоты. Полученный раствор кипятят до удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 л, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора А содержит 0,0005 г железа.

Раствор Б. 10 мл раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора Б содержит 0,00005 г железа.

### 2.3. Проведение анализа

#### 2.3.1. Для бронз, содержащих хром

Навеску бронзы массой 1 г при содержании железа от 0,01 до 0,03% и 0,5 г при массовой доле железа от 0,02 до 0,06% помещают в платиновую чашку, добавляют 10 мл азотной кислоты и 2—3 мл фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. После растворения навески раствор охлаждают, добавляют 10 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1 и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, осторожно ополаскивают стенки чашки водой и растворяют остаток в воде при нагревании. Раствор переводят в стакан вместимостью 250 мл, разбавляют водой до объема 150 мл, прибавляют 5 мл раствора

алюмо-аммонийных квасцов и аммиака, разбавленного 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, стакан и осадок промывают горячим раствором аммиака, разбавленным 1 : 100. Осадок растворяют в 10 мл горячей соляной кислоты в стакане, где проводилось осаждение, фильтр тщательно промывают горячей водой и вновь проводят осаждение гидроокисей. Осадок отфильтровывают, промывают горячим раствором аммиака, разбавленным 1 : 100, растворяют в 10 мл горячей соляной кислоты, и фильтр промывают горячей водой в стакан, где проводилось осаждение. Нагревают до растворения осадка, раствор упаривают до объема 40 мл, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доливают водой до 50 мл. Затем раствор нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1 : 1, по фенолфталеину, прибавляют 1 мл соляной кислоты и 25 мл смеси реактивов, доливают до метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность на спектрофотометре в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см при 510 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

### 2.3.2. Для бронз, не содержащих хрома

Навеску бронзы массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 мл, накрывают часовым стеклом, добавляют 15 мл азотной кислоты и осторожно растворяют при нагревании. Стакан с раствором охлаждают, ополаскивают стенки стакана и стекло небольшим количеством воды и раствор разбавляют водой до объема 150 мл. Прибавляют 5 мл раствора алюмоаммонийных квасцов и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

### 2.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 мл приливают последовательно 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 и 6,0 мл раствора Б железа, доливают водой до 50 мл, приливают 2—3 капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1 : 1. Далее анализ ведут, как указано в п. 2.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий железа.

### 2.5. Обработка результатов

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

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

где  $m$  — масса железа, найденная по градуировочному графику, г;  
 $m_1$  — масса навески, г.

2.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения ( $Y$ ) результатов анализа в процентах не должны превышать значений, вычисленных по формуле:

$$Y=0,002+0,04X,$$

где  $X$  — массовая доля железа в сплаве, %.

### 3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С ПРИМЕНЕНИЕМ СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТЫ

#### 3.1. 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 гидроксидом алюминия.

#### 3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1 : 1.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 1478—75, раствор 200 г/л.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—64, разбавленный 1 : 1 и 1 : 100.

Квасцы алюмо-аммонийные по ГОСТ 4238—77, раствор: 10 г квасцов растворяют в 1 л воды с добавлением 10 мл концентрированной серной кислоты.

Стандартные растворы железа.

Раствор А. 1,005 г стандартного образца стали низкоуглеродистой № 126 растворяют в 20 мл азотной кислоты. Раствор кипятят для удаления окислов азота, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 л доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора А содержит 0,001 г железа.

Раствор Б. 10 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доливают до метки водой и перемешивают. 1 мл раствора Б содержит 0,0001 г железа.

#### 3.3. Проведение анализа

##### 3.3.1. Для бронз, содержащих хром

Навеску бронзы массой 1 г помещают в платиновую чашку, добавляют 10 мл азотной кислоты, 2—3 мл фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. Раствор охлаждают, добавляют 10 мл серной кислоты, разбавленной 1 : 1 и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают, осторожно ополаскивают стенки чашки водой и растворяют остаток в воде при нагревании.

Раствор переводят в стакан вместимостью 250 мл, разбавляют водой до объема 150 мл, прибавляют 5 мл раствора алюмо-аммо-

нийных квасцов и аммиак, разбавленный 1 : 1, до образования растворимого синего комплекса меди. Раствор выдерживают при 50—60°С для коагуляции осадка гидроокисей железа и алюминия. Выделившийся осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, стакан и осадок промывают горячим раствором аммиака, разбавленным 1 : 50. Осадок растворяют в 10 мл горячей соляной кислоты в стакан, где проводилось осаждение, и вновь проводят осаждение гидроокисей.

Осадок отфильтровывают, промывают горячим раствором аммиака, разбавленным 1 : 100, растворяют в 10 мл горячей соляной кислоты и фильтр промывают горячей водой в стакан, где проводилось осаждение. Нагревают до растворения осадка, раствор упаривают до объема 20 мл, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доливают водой до 30 мл.

Затем добавляют 15 мл раствора сульфосалициловой кислоты, нейтрализуют аммиаком, разбавленным 1 : 1, до устойчивого желтого цвета, добавляют избыток аммиака 3—4 мл, доливают до метки водой и измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см при 425 нм или на фотоэлектроколориметре с фиолетовым светофильтром в кювете с толщиной поглощающего слоя 2 см. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

### 3.3.2. Для бронз, не содержащих хрома

Навеску бронзы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 мл, накрывают часовым стеклом, добавляют 15 мл азотной кислоты и растворяют при нагревании. Стакан с раствором охлаждают, ополаскивают стекло и стенки стакана небольшим количеством воды и разбавляют водой до 150 мл. Прибавляют 5 мл раствора алюмо-аммонийных квасцов и далее поступают, как указано в п. 3.3.1.

### 3.4. Построение градуировочного графика

В 7 мерных колб вместимостью по 100 мл приливают последовательно 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 мл стандартного раствора Б железа, разбавляют водой до объема 30 мл и далее поступают, как указано в п. 3.3.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий железа.

### 3.5. Обработка результатов

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

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

где  $m$  — масса железа, найденная по градуировочному графику, г;  
 $m_1$  — масса навески, г.

3.5.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов анализа в процентах ( $Y$ ) не должны превышать значений, вычисленных по формуле

$$Y=0,002+0,04X,$$

где  $X$  — массовая доля железа в сплаве, %.

---

**Изменение № 1 ГОСТ 23859.5—79 Бронзы жаропрочные. Методы определения железа**

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.06.85 № 1801 срок введения установлен

с 01.01.86

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: л на  $\text{дм}^3$ , мл на  $\text{см}^3$ .

Вводную часть дополнить словами: «в жаропрочных медных сплавах по ГОСТ 24758—81».

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—81. За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений».

Пункты 2.2, 3.2. Заменить ссылку: ГОСТ 3760—64 на ГОСТ 3760—79.

Пункт 3.2. Заменить ссылку: ГОСТ 4238—77 на ГОСТ 4238—79.

(ИУС № 9 1985 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 23859.5—79 Бронзы жаропрочные. Методы определения железа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 724

Дата введения 01.10.90

Вводная часть. Заменить значение: 0,06 % на 0,08 %.

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—87 с дополнением по ГОСТ 23859.1—79, разд. 1».

Пункт 2.2. Заменить ссылки: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87, ГОСТ 5456—65 на ГОСТ 5456—79.

Пункт 2.3.1. Заменить значение: 0,06 % на 0,08 %.

Пункт 2.4 после значения 6,0 дополнить значением: 8,0.

Пункт 2.5.2 изложить в новой редакции: «2.5.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений  $d$  ( $d$  — показатель сходимости), вычисленных по формуле

$$d=0,002+0,04X,$$

где  $X$  — массовая доля железа в сплаве, %».

Раздел 2 дополнить пунктами — 2.5.3, 2.5.4: «2.5.3. 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, вычисленных по формуле

$$D=0,003+0,05X,$$

где  $X$  — массовая доля железа в сплаве, %.

2.5.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз или методом добавок или сравнением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Пункт 3.4 после значения 6,0 дополнить значением: 8,0.

Пункт 3.5.2 изложить в новой редакции: «3.5.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений  $d$  ( $d$  — показатель сходимости), вычисленных, как указано в п. 2.5.2».

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.5.3, 3.5.4: «3.5.3. Расхождения результатов анализа, полученных в двух различных лабораториях, или двух результатов анализа, полученных в одной лаборатории, но при различных условиях ( $D$  — показатель воспроизводимости), вычисляют, как указано в п. 2.5.3.

3.5.4. Контроль точности результатов анализа проводят, как указано в п. 2.5.4».

(ИУС № 7 1990 г.)