



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ
И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ**

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

ГОСТ 6689.5—92

Издание официальное

13 р. 50 к. БЗ 5—92/630

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

**НИКЕЛЬ, СПЛАВЫ НИКЕЛЕВЫЕ
И МЕДНО-НИКЕЛЕВЫЕ****Методы определения железа**Nickel, nickel and copper-nickel alloys.
Methods for the determination of iron**ГОСТ****6689.5—92**

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения железа (при массовой доле железа от 0,001 до 0,1%), титриметрический (при массовой доле железа от 0,4 до 6,5%) и атомно-абсорбционный (при массовой доле железа от 0,004 до 6,5%) методы определения железа в никелевых и медно-никелевых сплавах по ГОСТ 492 и ГОСТ 19241.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по разд. 1 ГОСТ 6689.1.

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

Метод основан на измерении оптической плотности раствора, содержащего комплекс железа (II) с 1,10-фенантролином или α, α' -дипиридилем, в присутствии солянокислого гидроксиламина после предварительного выделения железа соосаждением с гидроокисью алюминия.

2.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 и 2%-ный раствор.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1 и 1:2.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:100.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, 5%-ный раствор.

Аммоний-алюминий сернокислый (алюмоаммонийные квасцы) по ГОСТ 4238, 10 г/дм³ раствор: 10 г квасцов помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в 150—200 см³ воды с добавлением 20 см³ серной кислоты (1:1) и доливают водой до метки.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, раствор 10 г/дм³, свежеприготовленный.

1,10-фенантролин солянокислый, раствор 1,5 г/дм³: 1,5 г препарата помещают в стакан вместимостью 200 см³ и растворяют при нагревании в 50 см³ воды с добавлением нескольких капель концентрированной соляной кислоты; раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доливают водой до метки. Раствор хранят в темном сосуде.

α , α' -Дипиридил, раствор: 1,5 г препарата растворяют в 50 см³ воды при нагревании с добавлением нескольких капель концентрированной соляной кислоты, раствор помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и разбавляют водой до метки. Раствор хранят в темном сосуде.

Буферный раствор: 272 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см³ воды, добавляют 240 см³ уксусной кислоты, фильтруют и доливают водой до объема 1 дм³.

Смесь реагентов свежеприготовленная. одну часть раствора солянокислого гидроксиламина смешивают с одной частью раствора 1,10-фенантролина солянокислого или одной частью раствора α , α' -дипиридина и тремя частями буферного раствора.

Железо металлическое.

Стандартные растворы железа

Раствор А: 1,0 г железа растворяют в 20 см³ азотной кислоты (1:1), раствор кипятят до удаления оксидов азота, охлаждают, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,001 г железа.

Раствор Б: 10 см³ раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г железа.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Для сплавов содержащих не менее 0,1% кремния и хрома и не содержащих вольфрама

Около 15 г сплава помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют 200 см³ соляной кислоты (1:1) и выдерживают при комнатной температуре примерно 3 мин, периодически перемешивая. Затем сливают соляную кислоту, стружку промывают несколько раз водой и сушат в сушильном шкафу при (110±10)°С. Из очищенной таким образом стружки берут навеску (см. табл. 1), помещают ее в стакан вместимостью 250 см³, добавляют азотную кислоту (1:1) (см. табл. 1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. Стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, добавляют воды до 150 см³, 5 см³ раствора алюмоаммонийных квасцов, 5 г хлористого аммония и концентрированный раствор аммиака до образования растворимых аммиачных комплексов никеля и меди. Раствор выдерживают при 60°С для коагуляции осадка гидроокиси железа и алюминия. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, стакан и осадок промывают 3—5 раз горячим раствором аммиака (1:100). Осадок растворяют в 10 см³ соляной кислоты (1:1) и фильтр 3—5 раз промывают горячей водой, собирая промывные воды в стакан, где проводилось осаждение. При анализе сплавов, содержащих марганец, при растворении осадка добавляют несколько капель раствора перекиси водорода. Осаждение, фильтрование, промывание и растворение осадка повторяют. Второй раз растворение осадка проводят на фильтре в присутствии 5 см³ раствора перекиси водорода.

Таблица 1

Массовая доля железа, г	Масса навески, г	Количество азотной кислоты (1:1), см ³	Аликвотная часть раствора, см ³
От 0,001 до 0,002 включ	50	50	Весь раствор
Св 0,002 » 0,02 »	5,0	50	10
» 0,02 » 0,5 »	0,5	20	10
» 0,5	0,5	20	5

При массовой доле железа в сплаве менее 0,002% раствор помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливая водой до 50 см³, добавляют 25 см³ смеси реагентов, разбавляют водой до метки и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре в кювете с толщиной поглощающего света слоя 5 см при 510 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

При массовой доле железа свыше 0,002% раствор помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки,

перемешивают и отбирают аликвотную часть (см. табл. 1) в другую мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой до 50 см³ и далее поступают, как указано выше.

2.3.2. Для сплавов, содержащих свыше 0,1% хрома или кремния

Навеску сплава (см. табл. 1) помещают в платиновую чашку, добавляют 1 см³ фтористоводородной кислоты и 10 см³ азотной кислоты (1:1) и растворяют при нагревании. После охлаждения ополаскивают стенки чашки водой, добавляют 10 см³ серной кислоты (1:1) и раствор упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Остаток охлаждают, добавляют 30—40 см³ воды, раствор помещают в стакан вместимостью 250 см³, разбавляют водой до 150 см³ и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

2.3.3. Для сплавов, содержащих вольфрам

Навеску сплава (см. табл. 1) помещают в стакан вместимостью 300 см³, добавляют азотную кислоту (1:1) (см. табл. 1), накрывают часовым стеклом, стеклянной или пластиковой пластинкой и растворяют при нагревании. Стекло или пластинку и стенки стакана ополаскивают водой, раствор упаривают до сиропообразного состояния, разбавляют водой до 60 см³ и выдерживают в теплом месте для отстаивания и осветления раствора. Осадок вольфрамовой кислоты отфильтровывают на двойной плотный фильтр и промывают горячим 20%-ным раствором азотной кислоты. Осадок отбрасывают, а фильтрат разбавляют водой до 200 см³, добавляют 5 см³ раствора алюмоаммонийных квасцов и далее поступают, как указано в п. 2.3.1.

2.3.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью до 100 см³ помещают 0,5, 1,0; 3,0, 5,0; 7,0, 10,0, 20,0; 30,0 см³ стандартного раствора Б железа, разбавляют водой до 50 см³ и далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.1.

2.4. Обработка результатов

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

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

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

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

2.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Массовая доля железа, %	Допускаемые расхождения, %	
	<i>a</i>	<i>D</i>
От 0,001 до 0,003 включ.	0,0008	0,001
Сп. 0,003 » 0,005 »	0,001	0,001
» 0,005 » 0,01 »	0,002	0,003
» 0,01 » 0,03 »	0,003	0,004
» 0,03 » 0,05 »	0,005	0,007
» 0,05 » 0,10 »	0,008	0,01
» 0,10 » 0,2 »	0,015	0,02
» 0,2 » 0,4 »	0,020	0,03
» 0,4 » 1,0 »	0,030	0,04
» 1,0 » 3,0 »	0,050	0,07
» 3,0 » 5,0 »	0,10	0,1
» 5,0 » 6,5 »	0,15	0,2

2.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО) или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденных по ГОСТ 8.315, или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом в соответствии с ГОСТ 25086.

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

3.1. Сущность метода

Метод основан на титровании железа (II) раствором двухромовокислого калия после предварительного восстановления железа (III) до железа (II) двуххлористым оловом с потенциметрической или визуальной индикацией конечной точки титрования с дифениламином в качестве индикатора.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Потенциметр с хлорсеребряным электродом сравнения и платиновым индикаторным электродом.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204 и разбавленная 1:1.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Смесь кислот: 300 см³ серной кислоты (1:1) и 300 см³ фосфорной кислоты разбавляют водой до 1 дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:100.

Олово двуххлористое, свежеприготовленный раствор 100 г/дм³ в соляной кислоте (1:1).

Ртуть двухлористая, раствор 40 г/дм³

Дифениламин по ГОСТ 5825, раствор 10 г/дм³ в концентрированной серной кислоте

Калий двуххромовоокислый по ГОСТ 4220, 0,017 моль/дм³ раствор 2,4519 г препарата, высушенного в течение 2 ч при (160 ± 5)°С, растворяют в воде, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доливают до метки водой

1 см³ раствора соответствует 0,002792 г железа

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484

Аммоний хлористый по ГОСТ 3373

Перекись водорода по ГОСТ 10929, 30%-ный раствор

Натриевая соль дифениламиносульфоновой кислоты, раствор 2 г/дм³

33 Проведение анализа

331 Навеску сплава массой 2 г (при массовой доле железа от 0,4 до 3,0%) или 1 г (при массовой доле железа свыше 3%) растворяют в 20 см³ соляной кислоты (1 л) и 10 см³ азотной кислоты в стакане вместимостью 600 см³ при нагревании. После растворения раствор разбавляют водой до 150 см³. При анализе сплавов с массовой долей кремния свыше 0,05% навеску растворяют в платиновой чашке в 20 или 10 см³ азотной кислоты (1 л) и 1 см³ фтористоводородной кислоты при нагревании, добавляют 10 см³ серной кислоты (1 л), упаривают до белого дыма серной кислоты, остаток растворяют в 20—30 см³ воды и раствор переносят в стакан вместимостью 600 см³, добавляют 5 см³ азотной кислоты (1 л) и раствор разбавляют водой до 150 см³.

Добавляют 5 г хлористого аммония и аммиака до образования растворимого аммиачного комплекса никеля и меди.

Раствор выдерживают при 60°С для коагуляции осадка гидроксида железа. Осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, стакан и осадок промывают 3—5 раз горячим раствором аммиака (1 л). Осадок растворяют в 10 см³ соляной кислоты (1 л) с несколькими каплями перекиси водорода в стакане, в котором проводится осаждение, и фильтр промывают горячей водой. Осаждение, фильтрование, промывание и растворение осадка повторяют. Раствор нагревают до кипения и восстанавливают трехвалентное железо до двухвалентного добавлением нескольких капель раствора двухлористого олова. Затем раствор охлаждают, добавляют 5 см³ раствора двухлористой ртути, 15 см³ смеси кислот, разбавляют водой до 200 см³ и титруют раствором двуххромовоокислого калия потенциометрически до скачка потенциала или добавляют несколько капель раствора дифениламина или раствора натриевой соли дифениламиносульфоновой кислоты и титруют до фиолетовой окраски.

34 Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,002792 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора двухромовокислого калия, израсходованный на титрование, см³;
0,002792 — массовая концентрация 0,017 моль/дм³ раствора двухромовокислого калия по железу, г;
 m — масса сплава, г.

3.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D (показатель воспроизводимости) не должны превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

3.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденных по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных атомно-абсорбционным методом, в соответствии с ГОСТ 25086.

4. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

4.1. Сущность метода

Метод основан на измерении абсорбции 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.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1 и 1:100.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 и 1 и 2 моль/дм³ растворы.

Смесь кислот: смешивают один объем азотной кислоты с тремя объемами соляной кислоты.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1.

Железо металлическое карбонильное или Государственный стандартный образец № 666—81 П типа 1.

Стандартный 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.

Мель по ГОСТ 859.

Стандартный 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.

Никель по ГОСТ 849.

Стандартный раствор никеля: 10 г никеля 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 никеля.

4.3. Проведение анализа

4.3.1. Для сплавов, не содержащих олова, кремния, хрома, вольфрама и титана

Навеску сплава массой, приведенной в табл. 3, растворяют при нагревании в 10—20 см³ азотной кислоты (1:1). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. При массовой доле железа свыше 1,0% 10 см³ раствора пробы переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки. Одновременно проводят контрольный опыт. Измеряют атомную абсорбцию железа в пламени ацетилен-воздух при длине волны 248,3 нм параллельно с градуировочными растворами.

Таблица 3

Массовая доля железа, %	Масса навески, г	Объем стандартного раствора меди или никеля, см ³
От 0,004 до 0,05 включ	2	20
Св 0,05 до 0,1 »	1	10
» 0,1 » 6,5 »	0,1	—

4.3.2. Для сплавов с массовой долей олова свыше 0,05%

Навеску сплава (см. табл. 3) растворяют при нагревании в 10 см³ смеси кислот. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки 1 моль/дм³ раствором соляной кислоты. При массовой доле железа свыше 1,0% 10 см³ раствора пробы переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают до метки 1 моль/дм³ раствором соляной кислоты. Одновременно проводят контрольный опыт. Измеряют атомную абсорбцию, как приведено в п. 4.3.1.

4.3.3. Для сплавов, содержащих кремний, титан и хром

Навеску сплава (см. табл. 3) помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10—20 см³ азотной кислоты (1:1) и 2 см³ фтористоводородной кислоты. Затем добавляют 10 см³ серной кислоты (1:1) и упаривают до появления белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают и остаток растворяют в 50 см³

годы при нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. При массовой доле железа свыше 1,0% 10 см³ раствора пробы переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки. Одновременно проводят контрольный опыт. Измеряют атомную абсорбцию железа, как указано в п. 4.3.1.

4.3.4. Для сплавов, содержащих вольфрам

Навеску сплава (см. табл. 3) растворяют при нагревании в 10—20 см³ азотной кислоты (1:1), затем добавляют 30 см³ горячей воды и выпавший осадок вольфрамовой кислоты отфильтровывают на плотный фильтр и промывают горячей азотной кислотой (1:100). Фильтрат переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доливают водой до метки. При массовой доле железа свыше 1,0% 10 см³ раствора пробы переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты и доливают водой до метки. Одновременно проводят контрольный опыт. Измеряют атомную абсорбцию железа, как указано в п. 4.3.1.

4.3.5. Построение градуировочного графика

В шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ помещают 0,8; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см³ стандартного раствора железа, что соответствует 0,08; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 мг железа. Во все колбы добавляют по 10 см³ 2 моль/дм³ раствора соляной кислоты.

При массовой доле железа менее 0,1% добавляют аликвотные объемы стандартных растворов (см. табл. 3) меди (если медь является основой сплава) или никеля (если никель является основой сплава) 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_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C_1 — концентрация железа в анализируемом растворе сплава, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — концентрация железа в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора, см³;

m — масса навески пробы, г.

4.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений d (показатель сходимости) и результатов двух анализов D

(показатель воспроизводимости) не должны превышать допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

4.4.3. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам (ГСО) или по отраслевым стандартным образцам (ОСО), или по стандартным образцам предприятия (СОП) никеля, никелевых и медно-никелевых сплавов, утвержденных по ГОСТ 8.315, или сопоставлением результатов, полученных фотометрическим или титриметрическим методами, в соответствии с ГОСТ 25086.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР
РАЗРАБОТЧИКИВ. Н. Федоров, Б. П. Краснов, Ю. М. Лейбов, А. Н. Боганова,
Л. В. Морейская, И. А. Воробьева2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением
Комитета стандартизации и метрологии СССР от 18.02.92
№ 167

3. ВЗАМЕН ГОСТ 6689.5—80

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕН-
ТЫ

Обозначение НТД на которых дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 8 315—91	2 4 3, 3 4 3, 4 4 3
ГОСТ 61—75	2 2
ГОСТ 199—78	2 2
ГОСТ 492—73	Вводная часть
ГОСТ 849—70	4 2
ГОСТ 859—78	4 2
ГОСТ 3118—77	2 2, 3 2, 4 2
ГОСТ 3373—73	3 2
ГОСТ 3760—79	2 2, 3 2
ГОСТ 3773—72	2 2
ГОСТ 4204—77	2 2, 3 2, 4 2
ГОСТ 4220—75	3 2
ГОСТ 4238—77	2 2
ГОСТ 4461—77	2 2, 3 2, 4 2
ГОСТ 5456—79	2 2
ГОСТ 5825—70	3 2
ГОСТ 6552—80	3 2
ГОСТ 6689 1—92	Разд 1
ГОСТ 10484—78	2 2, 3 2, 4 2
ГОСТ 10929—76	2 2, 3 2
ГОСТ 19241—80	Вводная часть
ГОСТ 25086—87	Разд 1, 2 4 3, 3 4 3, 4 4 3

Редактор *И В Виноградская*
Технический редактор *О Н Никитина*
Корректор *В И Варенцова*

Сдано в наб 26 06 92 Подп в печ 19 06 92 Усл п л 0,75 Усл кр отт 0,75 Уч изд л 0,72
Тир 746 экз

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип «Московский печатник» Москва, Лялин пер., 6 Зак 1314