

МАТЕРИАЛЫ НАПЛАВОЧНЫЕ**Методы определения железа**Hard-facing materials.
Methods of iron determination**ГОСТ
11930.7-79***

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 марта 1979 г. № 982 срок введения установлен

с 01.07.80

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 13.12.84 № 4262
срок действия продлен

до 01.07.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрические методы определения железа (при массовой доле железа от 0,2 до 5%) в прутках для наплавки марок: Пр-ВЗК, Пр-ВЗК-Р по ГОСТ 21449—75; порошках из сплавов для наплавки марок: ПГ-СР2, ПГ-СР3, ПГ-СР4, ПГ-АН1 по ГОСТ 21448—75.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 11930.0—79.

**2. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД
ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С ОРТОФЕНАНТРОЛИНОМ****2.1. Сущность метода**

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения двухвалентного железа с ортофенантролином в присутствии всех компонентов сплава.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56, ФЭК-56М или любого другого типа.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, 10%-ный раствор.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Периздание (январь 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в декабре 1984 г. (ИУС 3—85).

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:4.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, 30%-ный раствор.

Бумага индикаторная «конго».

Ортофенантролин, 1%-ный раствор: готовят растворением реактива в этиловом спирте, разбавленном 1:1.

Спирт этиловый по ГОСТ 18300—72.

Стандартные растворы железа.

Раствор А готовят следующим образом: 0,1 г железа растворяют в 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, приливают 1 см³ азотной кислоты и нагревают до удаления окислов азота. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,0001 г железа.

Раствор Б готовят разбавлением водой раствора А в 10 раз. 1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г железа.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Железо определяют в фильтрате после отделения кремния по ГОСТ 11930.3—79.

Из мерной колбы вместимостью 200 см³ отбирают от 5 до 15 см³ анализируемого раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³. Приливают 5 см³ раствора гидроксиламина и нейтрализуют раствором уксуснокислого аммония до перехода индикаторной бумаги «конго» в красный цвет. Добавляют 5 см³ раствора ортофенантролина, разбавляют водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют на фотоэлектроколориметре ($\lambda=490$ нм) через 10 мин в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 или 10 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта на содержание железа в реактивах. По величине оптической плотности испытуемого раствора находят содержание железа по градуировочному графику.

2.3.2. Построение градуировочного графика

2.3.2.1. В мерные колбы вместимостью по 100 см³ помещают 2, 4, 6, 8 и 10 см³ стандартного раствора железа Б, прибавляют по 10 см³ 10%-ного раствора солянокислого гидроксиламина и нейтрализуют по «конго» раствором уксуснокислого аммония. Затем анализ проводят, как указано в п. 2.3.1. Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют на фотоэлектроколориметре ($\lambda=490$ нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

2.3.2.2. В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 1, 2, 3, 4, 5 см³ стандартного раствора А и далее анализ ведут, как указано выше. Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм ($\lambda=490$ нм).

2.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{200m_1 \cdot 100}{mV},$$

где V — аликвотная часть анализируемого раствора, см³;

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

m — масса навески, г.

Разд. 2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ

3.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения железа с сульфосалициловой кислотой. Железо отделяют осаждением аммиаком.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметры типов ФЭК-56, ФЭК-56М или любого другого типа.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79 и разбавленный 5:95.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478—75.

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

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478—78, 20%-ный раствор.

Бумага индикаторная «конго».

Стандартные растворы железа — по п. 2.2.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Железо определяют в фильтрате после отделения кремния по ГОСТ 11930.3—79.

Из мерной колбы вместимостью 200 см³ отбирают 50 см³ анализируемого раствора в стакан вместимостью 200 см³, разбавляют водой до 100 см³, прибавляют 1 г надсернокислого аммония и нагревают. Затем раствор нейтрализуют аммиаком по индикаторной бумаге «конго», добавляют 10 см³ аммиака в избыток, осадок коагулируют, фильтруют и промывают раствором аммиака, разбавленным 5:95, нагретым до 60—80°C. Осадок гидроокиси железа растворяют в горячей соляной кислоте 60—80°C, разбавленной 1:1. Раствор собирают в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр промывают 8—10 раз горячей водой и отбрасывают. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют водой и перемешивают. Отбирают аликвотную часть 5—50 см³ (в зависимости от содержания железа) в мерную колбу вместимостью 100 см³, прибавляют 10 см³ сульфосалициловой кислоты,

аммиак до появления желтой окраски и 10 см³ в избыток, разбавляют водой до метки и перемешивают. Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре ($\lambda=434$ нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта на содержание железа в реактивах. По величине оптической плотности испытуемого раствора находят содержание железа по градуировочному графику.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью по 100 см³ последовательно прибавляют 4, 8 ... и 20 см³ стандартного раствора железа Б и далее анализ ведут, как указано в п. 3.3.1.

3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4. Обработка результатов

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

$$X = \frac{200m_1 \cdot 100 \cdot 100}{mV \cdot 50},$$

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

m — масса навески, г;

V — аликвотная часть анализируемого раствора, см³.

3.4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля железа, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,2 до 0,5 включ.	0,02
Св. 0,5 » 1,0	0,05
» 1,0 » 5,0	0,1

3.4. (3.4.1, 3.4.2.) (Введены дополнительно, Изм. № 1).

Разд. 4. (Исключен, Изм. № 1).

Вводную часть изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрические методы определения железа (при массовой доле железа от 0,2 до 7 %) в наплавочных материалах на основе кобальта и никеля».

Пункт 2.2. Заменить слова: «10%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 10 %»; «30%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 30 %»; «1%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 1 %»;

заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87.

Пункт 2.3.2.1. Заменить слова: «10%-ного раствора» на «раствора с массовой долей 10 %».

Пункт 3.2. Пятый абзац. Заменить слова: «20%-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 %».

(Продолжение см. с. 48)

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Разность наибольшего и наименьшего результатов трех параллельных определений и двух результатов анализа при доверительной вероятности $P=0,95$ не должна превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Массовая доля железа, %	Допускаемые расхождения трех параллельных определений, %	Допускаемые расхождения результатов анализа, %
От 0,20 до 0,50 включ.	0,02	0,05
Св. 0,50 » 1,00 »	0,05	0,10
» 1,00 » 5,00 »	0,10	0,15
» 5,00 » 7,00 »	0,15	0,20

(ИУС № 3 1990 г.)