

СПЛАВЫ И ЛИГАТУРЫ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ**Методы определения железа**Vanadium base alloys and alloying elements.
Methods for determination of iron**ГОСТ**
26473.3-85

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25 марта 1985 г. № 751 срок действия установлен**с 01.07.86****до 01.07.91****Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения железа (от 0,1 до 3%) с 1,10-фенантролином, фотометрический метод определения железа (от 0,1 до 10%) с сульфосалициловой кислотой и комплексометрический метод определения железа (от 5 до 10%) в сплавах и лигатурах на основе ванадия, содержание сопутствующих компонентов в которых приведено в табл. 1.

Таблица 1

Метод определения железа	Массовая доля, %	Сопутствующие компоненты	
		Наименование	Массовая доля, % не более
Фотометрический с 1,10-фенантролином	0,1—3	Алюминий	50
		Вольфрам	8
		Иттрий	0,2
		Кремний	1
		Марганец	2,5
		Молибден	25
		Ниобий	25
		Титан	25
		Хром	40
		Цирконий	3
		Алюминий	50
Фотометрический с сульфосалициловой кислотой	0,1—10	Кремний	1
		Марганец	2,5
		Молибден	25
		Титан	15
		Хром	10

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



Метод определения железа	Массовая доля, %	Сопутствующие компоненты	
		Наименование	Массовая доля %, не более
Комплексонометрический	5—10	Алюминий	25
		Кремний	1
		Марганец	2,5
		Молибден	20
		Хром	10

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 26473.0—85.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С 1,10-ФЕНАНТРОЛИНОМ

Метод основан на реакции образования окрашенного комплексного соединения железа с 1,10-фенантролином в ацетатной среде (рН 3,5—5,0) и фотометрировании окраски раствора.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

Весы аналитические.

Весы технические.

Электродпечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая температуру 1000°C.

Плитка электрическая.

Колбы мерные вместимостью 50, 100, 250 и 1000 см³.

Микробюретка вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,02 см³.

Пипетки вместимостью 5 см³ с делениями.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 100 см³.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 250 и 400 см³.

Воронки стеклянные конические диаметром 50 мм.

Тигли кварцевые высокие вместимостью 40 см³.

Тигли фарфоровые или платиновые.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента» диаметром 70 мм.

Эксикатор с хлористым кальцием.

Кальций хлористый (плавленый) по ГОСТ 4460—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1, и раствор концентрацией 1 моль/дм³.

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

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

Калий пиросульфидный по ГОСТ 7172—76.

250 г/дм³.

1,10-фенантролин, раствор концентрацией 1,25 г/дм³, готовят следующим образом: 1,25 г 1,10-фенантролина растворяют при нагревании в 500 см³ воды с добавлением нескольких капель серной кислоты, разбавленной 1:1, охлаждают, нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия по индикаторной бумаге «конго» до перехода окраски бумаги из синей в сиренево-розовую, разбавляют водой до 1 дм³. Хранят раствор в темном сосуде.

Бумага индикаторная «конго».

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78, раствор концентрацией 500 г/дм³.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, раствор концентрацией 100 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Железо металлическое восстановленное.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77.

Допускается приготовление стандартных растворов железа с использованием различных исходных веществ: железоаммонийных квасцов (серия А) и железа металлического (серия Б).

Серия А

Стандартный раствор железа, содержащий около 1 мг/см³ железа (раствор А₁): 8,635 г железоаммонийных квасцов растворяют в воде, содержащей 10 см³ концентрированной серной кислоты (если растворение идет медленно, то раствор нагревают). Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой, перемешивают.

Точную массовую концентрацию железа устанавливают гравиметрическим методом: для этого в стакан вместимостью 400 см³ отбирают пипеткой аликвотную часть (50 или 100 см³) стандартного раствора железа (А₁), нагревают до кипения и, осторожно добавляя аммиак, осаждают гидроокись железа. После нагревания в течение 20—30 мин осадку дают осесть и фильтруют через фильтр средней плотности «белая лента», помещенный в коническую воронку, промывая осадок на фильтре и стакан несколько раз горячей водой.

Промытый осадок помещают во взвешенный фарфоровый или платиновый тигель, сушат, озоляют и прокаливают в муфельной печи при 800—900°С в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе, взвешивают. Прокаливание и взвешивание повторяют до получения постоянной массы.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт (для контроля загрязнения реактивов).

железа (раствора A_1) вычисляют по формуле

$$C = \frac{(m - m_1) \cdot 0,6996}{V},$$

где m — масса осадка окиси железа, мг;

m_1 — масса осадка контрольного опыта, мг;

0,6996 — коэффициент пересчета окиси железа на железо;

V — объем аликвотной части стандартного раствора, см^3 .

Раствор A_2 , содержащий около $0,1 \text{ мг/см}^3$ (100 мкг/см^3) железа, готовят разбавлением раствора A_1 водой в 10 раз.

Раствор A_3 , содержащий около $0,01 \text{ мг/см}^3$ (10 мкг/см^3) железа, готовят разбавлением раствора A_2 водой в 10 раз в день употребления.

Серия Б.

Стандартный раствор железа, содержащий $0,1 \text{ мг/см}^3$ (100 мкг/см^3) железа (раствор B_1): $0,1 \text{ г}$ восстановленного железа или рояльной проволоки растворяют в 80 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и доводят до метки водой.

Раствор B_2 , содержащий $0,01 \text{ мг/см}^3$ (10 мкг/см^3) железа, готовят разбавлением раствора B_1 водой в 10 раз в день употребления.

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. Для ванадиевых лигатур и сплавов с массовой долей циркония более 1% или хрома более 30% навеску анализируемой пробы массой $0,1 \text{ г}$ помещают в кварцевый тигель, добавляют 3—4 г пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при $800\text{—}900^\circ\text{C}$ до получения прозрачного плава. Плав растворяют при нагревании в 25 см^3 серной кислоты, разбавленной 1:1, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , охлаждают и доводят водой до метки.

2.2.2. Для ванадиевых лигатур и сплавов с массовой долей ниобия или вольфрама более 1% навеску анализируемой пробы массой $0,1 \text{ г}$ помещают в кварцевый тигель, добавляют 3—4 пиросульфата калия, несколько капель концентрированной серной кислоты и сплавляют в муфеле при $800\text{—}900^\circ\text{C}$ до получения прозрачного плава.

Плав растворяют при нагревании в 20 см^3 раствора винной кислоты, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , охлаждают, доводят до метки водой.

2.2.3. Для ванадиевых лигатур и сплавов с массовой долей хрома менее 30% и не содержащих вольфрама, ниобия, циркония, навеску анализируемой пробы массой $0,2 \text{ г}$ помещают в ко-

кислоты, разбавленной 1:1, и 5 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают до полного растворения навески пробы, продолжая затем нагревание до выделения паров серной кислоты в течение 1—2 мин. К охлажденному раствору по стенкам колбы приливают 50 см³ воды, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают и доводят до метки водой.

2.3. Проведение анализа

2.3.1. Для определения железа в две мерные колбы вместимостью 50 см³ отбирают равные аликвотные части раствора от 1 до 5 см³, содержащие 5—60 мкг железа, приливают по 1 см³ раствора гидроксиламина, по 5 см³ воды и нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия до перехода окраски индикаторной бумаги «конго» из синей в сиренево-розовую. В одну из колб приливают 10 см³ раствора 1,10-фенантролина, перемешивая после добавления каждого реактива.

Через 10—15 мин растворы доводят до метки водой и измеряют их оптическую плотность на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны ~510 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 30 мм по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы за исключением стандартного раствора железа.

Одновременно с анализом серии проб через все стадии анализа проводят контрольный опыт (для контроля загрязнения реактивов). Значение оптической плотности раствора контрольного опыта не должно превышать 0,03, в противном случае следует поменять реактивы.

Из значения оптической плотности раствора пробы, содержащего 1,10-фенантролин, вычитают значение оптической плотности раствора пробы, не содержащего 1,10-фенантролин, и значение оптической плотности раствора контрольного опыта.

Массу железа находят по градуировочному графику по вычисленному значению оптической плотности.

2.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вводят из микробюретки 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора железа (раствора А₃ или Б₂), что соответствует 5, 10, 20, 30, 40, 50 и 60 мкг железа. Приливают по 1 см³ раствора гидроксиламина, по 5 см³ воды и раствор уксуснокислого натрия до изменения окраски индикаторной бумаги «конго» из синей в сиренево-розовую. Приливают 10 см³ раствора 1,10-фенантролина, через 10 мин доводят водой до метки (окрашенные растворы устойчивы длительное время).

Измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропуска-

щего свет слоя 30 мм по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением стандартного раствора железа.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам железа строят градуировочный график.

2.4. Обработка результатов

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

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2 \cdot 10^4},$$

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

V_1 — объем мерной колбы, см³;

V_2 — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

2.4.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Допускаемое расхождение, %
0,1	0,02
0,5	0,05
1	0,1
3	0,3

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА С СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ

Метод основан на реакции образования окрашенного комплексного соединения железа (III) с сульфосалициловой кислотой в аммиачной среде (рН 8—10) и фотометрировании окраски раствора.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56.

Весы аналитические.

Весы технические.

Плитка электрическая.

Колбы мерные вместимостью 100, 250 см³.

Пипетки вместимостью 2,5 см³ с делениями.

Пипетки вместимостью 10 см³ без делений.

Мензурки мерные вместимостью 25 и 100 см³.

Воронки стеклянные конические диаметром 30 мм.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента» диаметром 70 мм.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 400 см³.

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

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

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478—73, раствор концентрацией 200 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Стандартный раствор железа, содержащий 0,1 мг/см³ (100 мкг/см³) железа, раствор А₂ или Б₁, готовят по п. 2.1.

3.2. Подготовка к анализу

Навеску анализируемой пробы массой 0,5—1 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1, нагревают до растворения пробы, приливают 20 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, продолжая нагревание до выделения паров серной кислоты в течение 1—2 мин. К охлажденному раствору по стенкам колбы приливают 100—150 см³ воды и нагревают до растворения солей.

Раствор с осадком фильтруют через фильтр средней плотности «белая лента», помещенный в коническую воронку, промывают осадок с фильтром несколько раз горячей водой. Фильтрат и промывные воды собирают в мерную колбу вместимостью 250 см³, охлаждают и доводят до метки водой (основной раствор).

Осадок используют (при необходимости) для определения кремния по ГОСТ 26473.4—85. Основной раствор используют (при необходимости) для определения молибдена по ГОСТ 26473.6—85, титана по ГОСТ 26473.8—85, ванадия и хрома по ГОСТ 26473.10—85, циркония и алюминия по ГОСТ 26473.11—85.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Для определения железа в мерную колбу вместимостью 100 см³ отбирают аликвотную часть раствора (от 2 до 10 см³), содержащую 50—400 мкг железа, приливают 10 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, 15 см³ раствора аммиака и доводят до метки водой.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны ~430 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к раствору контрольного опыта, который проводят через все стадии анализа одновременно с анализом серии проб.

Массу железа находят по градуировочному графику.

3.3.2. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ вводят из микробюретки 0,5; 1,0; 2,5; 3,5 и 4,0 см³ стандартного раствора железа (раствора А₂ или Б₁), что соответствует 50; 100; 250; 350 и 400 мкг железа, разбавляют до 10 см³ водой, приливают 10 см³ раствора сульфосалициловой кислоты, 15 см³ раствора аммиака и доводят до метки водой.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре, используя светофильтр с максимумом светопропускания при длине волны ~430 нм и кювету с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм по отношению к одновременно приготовленному «нулевому» раствору, содержащему все реактивы, за исключением стандартного раствора железа.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им массам железа строят градуировочный график.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю железа (X₂) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_2 = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V \cdot 10^4},$$

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

V_1 — вместимость мерной колбы, см³;

V — объем аликвотной части, см³;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

3.4.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля железа, %	Допускаемое расхождение, %
0,1	0,02
0,5	0,05
1	0,1
5	0,4
10	0,8

4. КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

Метод основан на прямом комплексонометрическом титровании железа в слабокислом растворе с индикатором — сульфосалициловой кислотой после отделения железа совместно с алюминием, марганцем от ванадия, хрома, молибдена осаждением аммиаком в присутствии перекиси водорода.

Плитка электрическая.

Весы аналитические.

Весы технические.

Колбы мерные вместимостью 100 см³, 1 дм³.

Пипетки вместимостью 20 см³ без делений.

Колбы конические вместимостью 250 см³.

Бюретка вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,05 см³.

Мензурки мерные вместимостью 25, 100 и 250 см³.

Стаканы химические стеклянные вместимостью 200 и 400 см³.

Воронки стеклянные конические.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента» или «желтая лента».

Бумага индикаторная универсальная.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:3.

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

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

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор концентрацией 100 и 20 г/дм³.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Промывной раствор: к 1000 см³ раствора хлористого аммония концентрацией 20 г/дм³ добавляют 2—3 см³ перекиси водорода и 2 см³ аммиака.

Уротропин технический по ГОСТ 1381—73.

Ксиленоловый оранжевый, раствор концентрацией 1 г/дм³.

Кислота сульфосалициловая, 2-водная по ГОСТ 4478—78, раствор концентрацией 100 г/дм³.

Цинк гранулированный по ГОСТ 989—75.

Цинк хлористый, раствор концентрацией 0,05 моль/дм³: 2,690 г металлического цинка помещают в стакан вместимостью 100 см³, смачивают 20—30 см³ воды и приливают небольшими порциями 25 см³ раствора соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор упаривают до влажных солей, соли растворяют в воде, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой.

Трилон Б (соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная) по ГОСТ 10652—73, раствор концентрацией 0,05 моль/дм³: 18,6 г трилона Б растворяют в воде при слабом нагревании. Раствор охлаждают, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки водой.

4.1.1. Устанавливают соотношение между растворами трилона Б и хлористого цинка (*K*): в коническую колбу вместимостью 50 см³ отбирают пипеткой 20 см³ раствора хлористого цинка, приливают 80 см³ воды, нейтрализуют аммиаком до рН 3,5—4,0

по универсальной индикаторной бумаге, добавляют 1,5—2 г уротропина, 2—3 капли раствора ксиленолового оранжевого и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из малиновой в желтую.

Соотношение (K) растворов трилона Б и хлористого цинка вычисляют по формуле

$$K = \frac{20}{V},$$

где 20 — объем раствора хлористого цинка, взятый для титрования, см³;

V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см³.

4.2. Проведение анализа

Навеску анализируемой пробы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 120 см³ серной кислоты, разбавленной 1:3, нагревают до кипения и в горячий раствор приливают 20—25 см³ концентрированной азотной кислоты. Если проба растворяется плохо, то приливают еще 15—20 см³ азотной кислоты, нагревают до полного растворения пробы, упаривают до объема 50—70 см³, охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки водой.

В коническую колбу вместимостью 250 см³ отбирают пипеткой 20 см³ полученного раствора, приливают 30 см³ воды, 5 см³ концентрированной серной кислоты, 20—25 см³ перекиси водорода, 25—30 см³ раствора хлористого аммония; нагревают до кипения и осторожно прибавляют аммиак, разбавленный 1:1, до слабого избытка его по запаху (контроль значения рН раствора около 7 по универсальной индикаторной бумаге), и продолжают кипячение несколько минут.

Дают осадку скоагулировать, быстро фильтруют раствор с осадком через бумажный фильтр «желтая лента», помещенный в коническую воронку, и промывают осадок на фильтре 6—7 раз горячим промывным раствором.

Фильтр с осадком помещают в колбу, в которой велось осаждение, приливают 20 см³ соляной кислоты, нагревают до полного растворения осадка, приливают 100 см³ воды, нейтрализуют аммиаком до рН около 2 (по универсальной индикаторной бумаге), нагревают раствор до 60—70°C, приливают 2 см³ раствора сульфосалициловой кислоты и титруют железо (III) раствором трилона Б (добавляя раствор трилона Б медленно, тщательно перемешивая) до перехода окраски из темно-красной в желтую.

4.3. Обработка результатов

4.3.1. Массовую долю железа (X_3) в процентах вычисляют по формуле

- где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3 ;
 0,002792 — массовая концентрация раствора трилона Б, выраженная в $\text{г}/\text{см}^3$ железа;
 K — соотношение объемов растворов трилона Б и хлористого цинка;
 V_1 — вместимость мерной колбы, см^3 ;
 V_2 — объем аликвотной части раствора, взятый для титрования, см^3 ;
 m — масса навески анализируемой пробы, г.

4.3.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать значений, указанных в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля железа, %	Допускаемое расхождение, %
5	0,25
10	0,5

Изменение № 1 ГОСТ 26473.3—85 Сплавы и лигатура на основе ванадия. Методы определения железа

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.05.91 № 676

Дата введения 01.01.92

Пункт 2.1. Исключить ссылки: ГОСТ 4460—77, ГОСТ 4205—77.

Пункт 2.3.1. Второй абзац после слов «по отношению к одновременно приготовленному» дополнить словами: «раствору, содержащему все реактивы за исключением 1, 10-фенантролина»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Из значения оптической плотности раствора пробы вычитают значение оптической плотности раствора контрольного опыта».

Пункты 2.4.2, 3.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Значения допускаемых расхождений указаны в табл. 2».

3.4.2. Значения допускаемых расхождений указаны в табл. 3.

(Продолжение см. с. 36)

(Продолжение изменения к ГОСТ 26473.3—85)

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Допускаемое расхождение, %
$10 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-2}$
$50 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$
1,0	0,1
3,0	0,3

Таблица 3

Массовая доля железа, %	Допускаемое расхождение, %
$10 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-2}$
$50 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$
1,0	0,1
5,0	0,4
10,0	0,8

Пункт 4.1. Исключить ссылку: ГОСТ 989—75.

Пункт 4.3.2 изложить в новой редакции: «4.3.2. Значения допускаемых расхождений указаны в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля железа, %	Допускаемое расхождение, %
5,0	0,3
10,0	0,6

(ИУС № 8 1991 г.)