

ГОСТ 29095—91

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

**СПЛАВЫ И ПОРОШКИ ЖАРОПРОЧНЫЕ,  
КОРРОЗИОННО-СТОЙКИЕ,  
ПРЕЦИЗИОННЫЕ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА**

Издание официальное

БЗ 1—2004

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й   С Т А Н Д А Р Т****СПЛАВЫ И ПОРОШКИ ЖАРОПРОЧНЫЕ,  
КОРРОЗИОННО-СТОЙКИЕ, ПРЕЦИЗИОННЫЕ  
НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ****Методы определения железа****ГОСТ  
29095—91**Nickel-based precision, corrosion-resistant, heat-resistant alloys  
and powders. Methods of iron determinationМКС 77.120.40  
ОКСТУ 0809Дата 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 — по 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 pH = 3—3,5. Масса железа составляет 40—150 мкг в 100 см<sup>3</sup> раствора.

Для восстановления железа применяют гидроксилamina гидрохлорид.

Железо от хрома, меди, никеля, кобальта отделяют осаждением аммиаком после окисления хрома и кобальта надсерниокислым 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.

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

Аммоний-алюминий серниокислый (алюмоаммонийные квасцы) по ГОСТ 4238, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>: 50 г квасцов растворяют в 150—200 см<sup>3</sup> воды с добавлением 25 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и доливают водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор 2,5 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний надсерниокислый по ГОСТ 20478, раствор 250 г/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 и разбавленный 1:20.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор 50 г/дм<sup>3</sup>.

Бумага индикаторная универсальная.

Гидроксилamina гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм<sup>3</sup> свежеприготовленный.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, раствор 500 г/дм<sup>3</sup>.

## С. 2 ГОСТ 29095—91

Кислота винная по ГОСТ 5817, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

1,10-фенантролин, раствор 5 г/дм<sup>3</sup> в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

2,2-дипиридил (альфа, альфа-дипиридил), раствор 5 г/дм<sup>3</sup>.

Железо карбонильное особо чистое.

Стандартные растворы железа.

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

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,001 г железа.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, прибавляют 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты (1:1), доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup>	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 см<sup>3</sup> смеси кислот (I или II). Раствор охлаждают, приливают 15—20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды при нагревании и при массовой доле железа до 0,2 % прибавляют 3 см<sup>3</sup> алюмоаммонийных квасцов, раствор разбавляют горячей водой до 200—250 см<sup>3</sup>.

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

К раствору приливают раствор аммиака до выпадения осадка гидроокисей и избыток 5—10 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Аликвотную часть раствора (табл. 1) помещают в стакан, приливают 3 см<sup>3</sup> раствора винной кислоты, 10 см<sup>3</sup> раствора гидросиламина гидрохлорида. Раствор перемешивают, нейтрализуют раствором уксуснокислого натрия до pH = 3—3,5 (по универсальной индикаторной бумаге) и прибавляют 2 см<sup>3</sup> его в избыток. Затем прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора 1,10-фенантролина или 10 см<sup>3</sup> раствора 2,2-дипиридила, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> азотной кислоты и снова нагревают раствор до получения осадка вольфрамовой кислоты желтого цвета.

Раствор выпаривают до влажных солей, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, нагревают до растворения солей, приливают 100—120 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды при нагревании, и при массовой доле железа до 0,2 % прибавляют 3 см<sup>3</sup> алюмоаммонийных квасцов. Раствор разбавляют горячей водой до 200—250 см<sup>3</sup> и далее поступают, как указано в п. 2.3.2.

### 2.3.4. Построение градуировочного графика

В стаканы помещают 3; 5; 10; 15; 20 см<sup>3</sup> стандартного раствора железа с концентрацией 0,00001 г/см<sup>3</sup>, прибавляют 3 см<sup>3</sup> 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

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

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 см<sup>3</sup> соляной кислоты и осторожно по каплям прибавляют 5—7 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> стандартного раствора А содержит 2 мг железа.

## С. 4 ГОСТ 29095—91

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> стандартного раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. Готовят перед применением.

1 см<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup>	Объем аликвотной части, см <sup>3</sup>	Вместимость мерной колбы, см <sup>3</sup>
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 см<sup>3</sup> и растворяют при умеренном нагревании в 15—30 см<sup>3</sup> соляной и 5—10 см<sup>3</sup> азотной кислот. Раствор осторожно упаривают до влажных солей, прибавляют 5 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> на каждые 100 см<sup>3</sup> конечного объема и упаривают до паров серной кислоты. Приливают 50—60 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> последовательно приливают 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> последовательно приливают 4,0; 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты или по 10 см<sup>3</sup> 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 абсорбции 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

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

где  $m_1$  — количество железа, найденное по градуировочному графику, мкг/см<sup>3</sup>;

$V$  — объем анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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, %, $\Delta$	Допускаемое расхождение, %			
		двух средних ре- зультатов анализа, выполненных в различных условиях, $d_1$	двух параллельных определений $d_2$	трех параллельных определений $d_3$	результатов анали- за стандартного образца от аттестованного значения $\delta$
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
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 раздела, пункта
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	1

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2004 г.

Редактор *Л.И. Нахимова*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *В.И. Варенцова*  
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 12.07.2004. Подписано в печать 30.07.2004. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70.  
Тираж 84 экз. С 3056. Зак. 673.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.

<http://www.standards.ru> e-mail: [info@standards.ru](mailto:info@standards.ru)

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.  
Плр № 080102