

## БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ

Определение хрома, никеля, кобальта, железа, цинка, магния и титана методом атомно-абсорбционной спектрометрии

ГОСТ  
23859.11—90

Heat-resistant bronze. Determination of chromium, nickel, cobalt, iron, zinc, magnesium and titanium by method of atomic-absorption spectrometry

ОКСТУ 1709

Дата введения 01.07.91

Настоящий стандарт устанавливает метод атомно-абсорбционной спектрометрии для определения хрома, никеля, кобальта, железа, цинка, магния и титана в жаропрочных бронзах.

Метод предназначен для определения основных компонентов и примесей в жаропрочных бронзах в следующих интервалах массовых долей, %:

- хром — от 0,1 до 1,3;
- никель — от 0,005 до 0,9 и от 2,0 до 3,0;
- кобальт — от 0,1 до 2,0;
- железо — от 0,005 до 0,08;
- цинк — от 0,0008 до 0,03;
- магний — от 0,0005 до 0,06;
- титан — от 0,02 до 0,09 и от 0,5 до 2,0.

Метод основан на измерении абсорбции света атомами элементов, образующимися при введении анализируемого раствора в пламя ацетилен-воздух или ацетилен-закись азота.

## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением по ГОСТ 23859.1, разд. 1.

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Атомно-абсорбционный спектрометр.

Лампы с полым катодом или другие источники резонансного излучения.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 и разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1, 1:4 и 1:10.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Закись азота по ГОСТ 9293.

Медь по ГОСТ 859.

Стандартный раствор меди: 10 г меди растворяют при нагревании в 80 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

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

Хром сернистый по ГОСТ 4472.

*Стандартные растворы хрома*

Раствор А: 0,481 г сернистого хрома растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

## С. 2 ГОСТ 23859.11—90

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

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

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,0001 г хрома.

Никель по ГОСТ 849.

*Стандартные растворы никеля*

Раствор А: 1 г никеля растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

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

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

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,0001 г никеля.

Кобальт по ГОСТ 123.

*Стандартные растворы кобальта*

Раствор А: 1 г кобальта растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают до метки водой.

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

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

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,0001 г кобальта.

Железо карбонильное или Государственный стандартный образец 666—81 типа с 1.

*Стандартные растворы железа*

Раствор А: 1 г железа растворяют при нагревании в 20 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

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

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,0001 г железа.

Цинк по ГОСТ 3640.

*Стандартные растворы цинка*

Раствор А: 0,1 г цинка растворяют при нагревании в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г цинка.

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

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г цинка.

Магний по ГОСТ 804.

*Стандартные растворы магния*

Раствор А: 0,1 г магния растворяют в 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,0001 г магния.

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

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00001 г магния.

Титан металлический.

*Стандартные растворы титана*

Раствор А: 1 г титана растворяют при нагревании в 50 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4). Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают серной кислотой (1:10) до метки.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,01 г титана.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доливают серной кислотой (1:10) до метки.

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

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Используемые навески сплавов приведены в табл. 1.

Таблица 1

Элемент	Массовая доля, %	Навеска, г	Вместимость мерной колбы, см <sup>3</sup>
Хром	0,1—1,3	0,1	100
Никель	0,005—0,1	2	100
	0,1—0,9	0,1	100
	2,0—3,0	0,1	250
Кобальт	0,1—2,0	0,1	100
Железо	0,005—0,08	2	100
Цинк	0,0008—0,03	2	100
Магний	0,0005—0,01	2	100
	0,01—0,06	0,5	100
Титан	0,02—0,09	3	100
	0,5—2,0	0,5	100

3.2. Навеску сплава (см. табл. 1) помещают в платиновую чашку и растворяют при нагревании в 10—30 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1) и 1—3 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты. Чашку охлаждают, приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и упаривают до начала выделения густого белого дыма серной кислоты. Чашку охлаждают и остаток растворяют в 50 см<sup>3</sup> воды при нагревании. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу (см. табл. 1) и доливают водой до метки. Одновременно проводят контрольный опыт со всеми применяемыми кислотами.

## 3.3. Приготовление градуировочных растворов

При приготовлении градуировочных растворов вводят раствор элемента, который определяют в анализируемой пробе.

В мерные колбы вместимостью до 100 см<sup>3</sup> помещают аликвотные объемы стандартных растворов элементов, указанные в табл. 2, добавляют по 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1). Если масса навески составляет 0,5; 2 или 3 г, то во все колбы добавляют по 5, 20 или 30 см<sup>3</sup> стандартного раствора меди и доливают до метки водой.

Таблица 2

Аликвотные объемы стандартных растворов элементов, см <sup>3</sup>							Концентрация элементов в градуировочных растворах, мкг/см <sup>3</sup>						
хром	никель	кобальт	железо	цинк	магний	титан	хром	никель	кобальт	железо	цинк	магний	титан
Растворы Б													
1	1	1	1	1,6	1	0,6	1	1	1	1	0,16	0,1	6
4	5	5	5	4	4	2	4	5	5	5	0,4	0,4	20
Растворы А													
0,7	0,8	0,8	0,8	2	1	0,4	7	8	8	8	1	1	40
1,0	1,2	1,2	1,2	4	2	0,6	10	12	12	12	2	2	60
1,3	1,6	1,6	1,6	6	3	0,8	13	16	16	16	3	3	80
	2,0	2,0				1,0		20	20				100

3.4. Измеряют атомную абсорбцию элементов в растворах анализируемых сплавов и в градуировочных растворах, регистрируя аналитические сигналы. Хром, никель, кобальт, железо, цинк и магний определяют в пламени ацетилен-воздух, титан — в пламени ацетилен-закись азота, используют аналитические линии, указанные в табл. 3. По полученным значениям строят градуировочные графики.

Таблица 3

Аналитическая линия, нм	Определяемые элементы						
	хром	никель	кобальт	железо	цинк	магний	титан
	357,9	232,0	240,7	248,3	213,9	285,2	365,3

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю элемента ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

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

где  $C_1$  — концентрация элемента в анализируемом растворе сплава, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

$C_2$  — концентрация элемента в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см<sup>3</sup>;

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

$m$  — масса навески сплава, г.

4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений  $d$  ( $d$  — показатель сходимости), рассчитанных по формулам:

$$d = 0,0003 + 0,05X \text{ (для интервала } 0,0005 - 0,005 \text{ \%);}$$

$$d = 0,001 + 0,04X \text{ (для интервала } 0,005 - 0,05 \text{ \%);}$$

$$d = 0,003 + 0,05X \text{ (для интервала } 0,05 - 0,5 \text{ \%);}$$

$$d = 0,02 + 0,02X \text{ (для интервала } 0,5 - 3 \text{ \%),}$$

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

4.3. 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, рассчитанных по формулам:

$$D = 0,0004 + 0,07X \text{ (для интервала } 0,0005 - 0,005 \text{ \%);}$$

$$D = 0,0014 + 0,05X \text{ (для интервала } 0,005 - 0,05 \text{ \%);}$$

$$D = 0,003 + 0,05X \text{ (для интервала } 0,05 - 0,5 \text{ \%);}$$

$$D = 0,03 + 0,03X \text{ (для интервала } 0,5 - 3 \text{ \%),}$$

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

4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз или методом добавок или сопоставлением результатов, полученных другими методами в соответствии с ГОСТ 25086.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 726

3. ВЗАМЕН ГОСТ 23859.11—79

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 123—98	Разд. 2	ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 804—93	Разд. 2	ГОСТ 4472—78	Разд. 2
ГОСТ 849—97	Разд. 2	ГОСТ 5457—75	Разд. 2
ГОСТ 859—2001	Разд. 2	ГОСТ 9293—74	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2	ГОСТ 10484—78	Разд. 2
ГОСТ 3640—94	Разд. 2	ГОСТ 23859.1—79	1.1
ГОСТ 4204—77	Разд. 2	ГОСТ 25086—87	1.1.4.4

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ

## СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 23859.1—79	Бронзы жаропрочные. Метод определения меди . . . . .	3
ГОСТ 23859.2—79	Бронзы жаропрочные. Методы определения кремния . . . . .	6
ГОСТ 23859.3—79	Бронзы жаропрочные. Методы определения хрома . . . . .	12
ГОСТ 23859.4—79	Бронзы жаропрочные. Метод определения фосфора . . . . .	17
ГОСТ 23859.5—79	Бронзы жаропрочные. Методы определения железа . . . . .	20
ГОСТ 23859.6—79	Бронзы жаропрочные. Метод определения никеля . . . . .	24
ГОСТ 23859.7—79	Бронзы жаропрочные. Метод определения свинца . . . . .	29
ГОСТ 23859.8—79	Бронзы жаропрочные. Методы определения циркония . . . . .	32
ГОСТ 23859.9—79	Бронзы жаропрочные. Метод определения кобальта . . . . .	39
ГОСТ 23859.10—79	Бронзы жаропрочные. Методы определения титана . . . . .	41
ГОСТ 23859.11—90	Бронзы жаропрочные. Определение хрома, никеля, кобальта, железа, цинка, магния и титана методом атомно-абсорбционной спектрометрии . . . . .	45

## БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ

### Методы анализа

### БЗ 4—2001

Редактор *М.И. Максимова*  
Технический редактор *В.И. Прусакова*  
Корректор *М.С. Кабацова*  
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 25.03.2002. Подписано в печать 28.05.2002. Формат 60x84<sup>1</sup>/<sub>8</sub>.  
Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 5,58. Уч.-изд.л. 4,60. Тираж 800 экз. Зак. 1107.  
Изд. № 2875/2. С 5988.

---

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  
Калужская типография стандартов, 248021 Калуга, ул. Московская, 256.  
ПЛР № 040138