



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

## БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХРОМА, НИКЕЛЯ, КОБАЛЬТА, ЖЕЛЕЗА,  
ЦИНКА, МАГНИЯ И ТИТАНА МЕТОДОМ  
АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

ГОСТ 23859.11—90

Издание официальное

БЗ 2—90/121

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ  
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ

Москва

**БРОНЗЫ ЖАРОПРОЧНЫЕ**

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

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

Срок действия с 01.07.91  
до 01.07.96

Настоящий стандарт устанавливает метод атомно-абсорбционной спектроскопии 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—87 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 сернокислый по ГОСТ 4472.

*Стандартные растворы хрома*

Раствор А: 0,481 г сернокислого 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.

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

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	6	0,8	13	16	16	16	3	3	80
	2,0	2,0	2,0			1,0		20	20				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.

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

	Определяемые элементы						
	хром	никель	кобальт	железо	цинк	магний	титан
Аналитическая линия, нм	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:

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

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

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

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

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:

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

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

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

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

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  
РАЗРАБОТЧИКИВ. Н. Федоров, Ю. М. Лейбов, Ю. М. Дедков, А. Н. Боганова,  
Л. В. Морейская, И. А. Воробьева2. 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 ДОКУМЕН-  
ТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 123—78	Разд. 2
ГОСТ 804—72	Разд. 2
ГОСТ 849—70	Разд. 2
ГОСТ 859—78	Разд. 2
ГОСТ 3118—77	Разд. 2
ГОСТ 3640—79	Разд. 2
ГОСТ 4204—77	Разд. 2
ГОСТ 4461—77	Разд. 2
ГОСТ 4472—78	Разд. 2
ГОСТ 5457—75	Разд. 2
ГОСТ 9293—74	Разд. 2
ГОСТ 10484—78	Разд. 2
ГОСТ 23859.1—79	1.1
ГОСТ 25086—87	1.1, 4.4

Редактор *И. В. Виноградская*  
Технический редактор *М. И. Максимова*  
Корректор *Р. Н. Корчагина*

Сдано в наб. 18.04.90 Подп. в печ. 28.06.90 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,41 уч.-изд. л.  
Тир. 7000 Цена 10 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1818