

**Изменение № 2 ГОСТ 23859.8—79 Бронзы жаропрочные. Методы определения циркония**

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 724

Дата введения 01.10.90

Вводная часть. Исключить ссылку: ГОСТ 24758—81.

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086—87 с дополнением по ГОСТ 23859.1—79, разд. 1».

Пункт 2.4.2 изложить в новой редакции: «2.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений  $d$  ( $d$  — показатель сходимости), вычисленных по формуле

$$d=0,003+0,03X,$$

где  $X$  — массовая доля циркония в сплаве, %».

Раздел 2 дополнить пунктами — 2.4.3—2.4.5: «2.4.3. 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, вычисленных по формуле

$$D=0,001+0,01X,$$

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

2.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086—87.

2.4.5. Метод применяется при разногласиях в оценке качества жаропрочных бронз».

Раздел 3. Наименование. Заменить значение: 0,05 на 0,01:

по всему тексту раздела заменить единицу: М на моль/дм<sup>3</sup>.

Пункт 3.2. Шестой абзац исключить;

дополнить абзацем: «Арсенazo III, раствор 1 г/д<sup>3</sup>: 0,1 г арсенazo III растворяют в 60 см<sup>3</sup> воды при нагревании (не доводя до кипения). полученный раствор отстаивают и осторожно сливают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Нерастворившуюся часть реактива растирают стеклянной палочкой, добавляют 10—15 см<sup>3</sup> воды и снова нагревают, раствор отстаивают и сливают в мерную колбу. К охлажденному раствору добавляют 15 см<sup>3</sup> раствора, 2 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, доливают водой до метки. Раствор отстаивают 48 ч, периодически перемешивая. Затем фильтруют через плотный слой ваты, отбрасывая первые 10 см<sup>3</sup> фильтрата. Такой раствор сохраняют 5—7 сут».

Пункт 3.3.1. Второй абзац. Исключить слова: «добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора желатина»;

после значения 5 мин дополнить словами: «но не позднее 30 мин»;

таблицу дополнить массовой долей циркония от 0,01 до 0,05 включ.:

Массовая доля циркония, %	Объем аликвотной части, см <sup>3</sup>	Масса навески, соответствующая аликвотной части раствора, г
От 0,01 до 0,05 включ.	25	0,05

Пункт 3.4.2 изложить в новой редакции: «3.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений  $d$  ( $d$  — показатель сходимости), вычисленных по формуле

$$d=0,004+0,02X,$$

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

Раздел 3 дополнить пунктами — 3.4.3, 3.4.4:

«3.4.3. 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, вычисленных по формуле

$$D=0,005+0,03X,$$

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

3.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят на Государственным стандартным образцам жаропрочных (хромистых) бронз или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086—87».

Стандарт дополнить разделом — 4:

«4. Фотометрический метод определения циркония с применением пикромин-эпсилон (при массовой доле циркония от 0,005 до 0,3 %)»

#### 4.1. Сущность метода

Метод основан на образовании комплексного соединения циркония с пикромин-эпсилон в растворе 0,9—1,2 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и измерении оптической плотности раствора.

#### 4.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотозлектроколориметр или спектрофотометр.

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

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

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, раствор 2 моль/дм<sup>3</sup> и разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Кислота аскорбиновая, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Аммиак водный раствор по ГОСТ 3760—79.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, раствор 100 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Соль динатриевая этилендиамина — N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87.

Пикромин-эпсилон, водный раствор 20 г/дм<sup>3</sup>.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, раствор 10 г/дм<sup>3</sup>.

Цирконий металлический (йодидный).

Циркония хлорокись.

Стандартные растворы циркония.

Раствор А: 0,1 г металлического циркония помещают в платиновую чашку, добавляют 10 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты и 1 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и растворяют при нагревании. По растворении раствор упаривают до начала появления белого дыма серной кислоты. По охлаждении стенки чашки ополаскивают водой, раствор перемешивают и вновь упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. По охлаждении к остатку добавляют 25 см<sup>3</sup> воды, нагревают до получения прозрачного раствора, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

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

Раствор Б: 5 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки раствором 2 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и перемешивают. Раствор Б готовят в день применения.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00005 г циркония.

Раствор В: 10 см<sup>3</sup> раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки раствором 2 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и перемешивают. Раствор В готовят в день применения.

1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 0,000005 г циркония.

Стандартные растворы циркония из хлорокиси циркония

Раствор А: 3,5 г хлорокиси циркония ( $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ ) помещают в колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в растворе 2 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, до метки доливают этой же кислотой. Массовую долю циркония в растворе устанавливают гравиметрическим методом в виде двуокиси циркония.

Раствор Б: 5 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают раствором 2 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и перемешивают. Раствор Б готовят в день применения.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,00005 г циркония.

Раствор В: 10 см<sup>3</sup> раствора Б помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки раствором 2 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты и перемешивают. Раствор В готовят в день применения.

1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 0,000005 г циркония.

#### 4.3. Проведение анализа

##### 4.3.1. При массовой доле циркония свыше 0,015 %

Навеску бронзы (см. табл. 2) помещают в платиновую или фторопластовую или стеклоуглеродную чашку, добавляют 1 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты и 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты (1:1). После прекращения бурной реакции реакционную смесь нагревают до полного растворения навески. К полученному раствору добавляют 1 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:1) и упаривают до начала выделения белого дыма серной кислоты. После охлаждения ополаскивают стенки чашки водой и снова упаривают до выделения белого дыма серной кислоты. Остаток растворяют в 5 см<sup>3</sup> воды при нагревании, охлаждают, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> раствором 2 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислотой, до метки доливают этой же кислотой и перемешивают.

Таблица 2

Массовая доля циркония, %	Масса навески, г	Объем аликвотной части, см <sup>3</sup>	Количество добавляемых реактивов, см <sup>3</sup>		
			HCl (1:1)	тиомочевина	этиловый спирт
От 0,005 до 0,02 включ.	0,5	25	2,5	2	—
Св. 0,02 » 0,05 »	0,5	10	5,0	10	10
> 0,05 » 0,10 »	0,5	5	8,5	10	10
> 0,10 » 0,20 »	0,5	2	8,5	10	5
> 0,20 » 0,30 »	0,25	2	8,5	5	—

Аликвотную часть раствора (см. табл. 2) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до 20 см<sup>3</sup>, нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. Затем раствор охлаждают, добавляют соляную кислоту (см. табл. 2), 2 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, раствор тиомочевины (см. табл. 2) и выдерживают 10 мин. Затем добавляют этиловый спирт (см. табл. 2), воды до ~40 см<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup> раствора пикромин-эпсилон, доливают до метки водой и перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при 566 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см или на фотоэлектроколориметре с желтым светофильтром в кювете с толщиной поглощающего слоя 2 или 3 см относительно раствора сравнения.

Раствор сравнения: в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают аликвотную часть раствора (см. табл. 2), добавляют раствор тиомочевины (см. табл. 2), 2 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора трилона Б и выдерживают 10 мин. Затем добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора пикрамин-эпсилон, до метки доливают водой и перемешивают.

##### 4.3.2. При массовой доле циркония до 0,015 %.

Растворение навески (см. табл. 2) и выпаривание до белого дыма серной

кислоты проводят так же, как указано в п. 4.3.1. Остаток растворяют в воде, раствор переносят в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup>. Затем добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа и раствор аммиака до образования растворимого синего комплекса меди. Раствор выдерживают при 50—60 °С для коагуляции осадка гидроокиси железа и циркония. Выделившийся осадок отфильтровывают на фильтр средней плотности, стакан и осадок промывают горячим раствором хлористого аммония 7—8 раз. Осадок растворяют в растворе 2 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты в стакан, в котором проводилось осаждение, раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки этой же кислотой и перемешивают. Аликвотную часть раствора (см. табл. 2) помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, упаривают до 20 см<sup>3</sup> и далее анализ проводят, как указано в п. 4.3.1.

#### 4.3.3. Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью до 50 см<sup>3</sup> последовательно добавляют 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора В циркония, разбавляют водой до 20 см<sup>3</sup>, нагревают до кипения и кипятят 1—2 мин. Раствор охлаждают, добавляют по 8,5 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты (1:1) и далее поступают, как указано в п. 4.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий циркония.

#### 4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю циркония ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  — масса циркония, найденная по градуировочному графику, г;  
 $m$  — масса навески, соответствующая аликвотной части, г.

4.4.2. Расхождения результатов трех параллельных определений не должны превышать значений допускаемых расхождений  $d$  ( $d$  — показатель сходимости), вычисленных по формуле

$$d = 0,003 + 0,04X,$$

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

4.4.3. 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, вычисленных по формуле

$$D = 0,004 + 0,05X,$$

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

4.4.4. Контроль точности результатов анализа проводят по Государственным стандартным образцам или методом добавок в соответствии с ГОСТ 25086—87\*.