

**СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ
И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ**

Методы определения железа

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ОАО «Всероссийский институт легких сплавов» (ОАО ВИЛС), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 297 «Материалы и полуфабрикаты из легких сплавов»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 16 от 8 октября 1999 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|----------------------------|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Армения | Армгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Беларуси |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Киргизская Республика | Киргизстандарт |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикгосстандарт |
| Туркменистан | Главная государственная инспекция Туркменистана |
| Украина | Госстандарт Украины |

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 18 февраля 2000 г. № 41-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 11739.6—99 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2000 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 11739.6—82

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2005 г.

© ИПК Издательство стандартов, 2000
© Стандартиформ, 2005

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ**Методы определения железа**

Aluminium casting and wrought alloys.
Methods for determination of iron

Дата введения 2000—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле железа от 0,01 % до 2,0 %) и атомно-абсорбционный (при массовой доле железа от 0,005 % до 2,0 %) методы определения железа в алюминиевых литейных и деформируемых сплавах.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3778—98 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4038—79 Никель (II) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористо-водородная. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11069—2001 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086 с дополнением.

3.1.1 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

4 Фотометрический метод определения железа**4.1 Сущность метода**

Метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты или растворе гидроокиси натрия, восстановлении трехвалентного железа до двухвалентного гидрохлоридом гидроксиламина, образовании комплекса двухвалентного железа с 1,10-фенантролином или 2,2'-дипиридиллом при pH 4,5 и измерении оптической плотности раствора при длине волны 510 нм.

Мешающее влияние меди, цинка и никеля, образующих с 1,10-фенантролином или 2,2'-дипиридилем бесцветные комплексы, устраняют введением избыточного количества реагента. Кроме того, в условиях растворения пробы половина меди отделяется от железа. Если в пробе соотношение массовых долей меди и железа равно или более 100:1, оставшуюся в аликвотной части раствора медь отделяют осаждением на свинцовой ленте.

4.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³, растворы 1:1, 1:99 и раствор 10 моль/дм³: 820 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ доливают до объема 1000 см³, охлаждают и перемешивают.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 200 г/дм³. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовой посуде.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор 1:1.

1,10-фенантролин (моногидрат или гидрохлорид моногидрата): 0,25 г моногидрата или 0,30 г гидрохлорида моногидрата растворяют при слабом нагревании в 80 см³ воды, охлаждают, доливают водой до объема 100 см³.

2,2'-дипиридил: 0,25 г реагента растворяют в 100 см³ воды.

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

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Кислота уксусная по ГОСТ 61 плотностью 1,05 г/см³.

Буферный раствор с рН 4,5: 272 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см³ воды, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³, приливают 240 см³ уксусной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Смесь реактивов: смешивают 100 см³ раствора гидрохлорида гидроксиламина, 100 см³ раствора 1,10-фенантролина или 2,2'-дипиридила и 300 см³ буферного раствора. Смесь реактивов хранят в посуде из темного стекла не более одного месяца.

Индикатор конго красный: 0,1 г реагента растворяют в 100 см³ воды при слабом нагревании.

Индикаторная бумага конго: фильтры («белая лента») пропитывают раствором конго, высушивают в сушильном шкафу при температуре (110±5) °С, нарезают и хранят в бюксе. Бумага пригодна к применению в течение одного месяца.

Свинец по ГОСТ 3778 с массовой долей железа не более 0,001 % в виде ленты или проволоки.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Железо реактивное (восстановленное).

Стандартные растворы железа.

Раствор А: 0,1 г железа помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ раствора соляной кислоты 1:1, накрывают часовым стеклом и умеренно нагревают до растворения, добавляют 2—3 капли пероксида водорода и кипятят в течение 3—5 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, часовое стекло ополаскивают водой над стаканом, в котором проводили растворение, и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г железа.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают 2 см³ раствора соляной кислоты 1:1, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см³ раствора содержит 0,00001 г железа.

4.3 Подготовка к анализу

Перед проведением анализа стружку пробы отмагничивают.

4.4 Проведение анализа

4.4.1 Навеску пробы 0,5 г в зависимости от массовой доли кремния растворяют одним из следующих способов.

4.4.1.1 При массовой доле кремния менее 1,5 %

Навеску пробы помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 15 см³ раствора соляной кислоты 1:1, накрывают часовым стеклом или воронкой и растворяют при умеренном нагревании, обмывают стенки колбы 10 см³ воды и кипятят в течение 5 мин. К охлажденному до комнатной температуры раствору приливают воду до объема 50 см³ и фильтруют раствор через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью в соответствии с таблицей 1, промывают фильтр 2—3 раза раствором соляной кислоты 1:99 порциями по 5—10 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

| Массовая доля железа, % | Вместимость мерной колбы, см ³ | Объем аликвотной части раствора, см ³ | Масса навески пробы в аликвотной части раствора, г |
|-------------------------|---|--|--|
| От 0,01 до 0,05 включ. | 100 | 50 | 0,25 |
| Св. 0,05 » 0,2 » | 250 | 25 | 0,05 |
| » 0,2 » 0,8 » | 250 | 20 | 0,04 |
| » 0,8 » 1,5 » | 250 | 10 | 0,02 |
| » 1,5 » 2,0 » | 250 | 5 | 0,01 |

4.4.1.2 При массовой доле кремния более 1,5 %

Навеску пробы помещают в стакан из фторопласта или стеклоуглерода вместимостью 100 см³, приливают небольшими порциями 20 см³ раствора гидроксида натрия и растворяют сначала при комнатной температуре, затем выпаривают при умеренном нагревании до получения густой сиропообразной консистенции. Стенки стакана обмывают 20—25 см³ воды, приливают осторожно, небольшими порциями при непрерывном перемешивании, 20 см³ раствора соляной кислоты молярной концентрации 10 моль/дм³ и кипятят в течение 3—5 мин до получения прозрачного раствора, доливают 20—25 см³ воды и продолжают нагревание в течение 2—3 мин.

При наличии осадка меди охлажденный раствор фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента»), фильтр промывают 3—4 раза раствором соляной кислоты 1:99 порциями по 10 см³, собирая фильтрат и промывные воды в мерную колбу вместимостью в соответствии с таблицей 1. Раствор охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки и перемешивают.

4.4.2 Аликвотную часть раствора, полученного по 4.4.1.1 или 4.4.1.2, в соответствии с таблицей 1 переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Если аликвотная часть равна 50 см³, помещают в раствор бумагу конго, добавляют по каплям раствор аммиака до появления синесиреневой окраски бумаги конго. Затем приливают 25 см³ смеси реактивов, доливают водой до метки и перемешивают.

4.4.3 При массовой доле в пробе меди более 0,5 %, цинка более 4,0 %, никеля более 2,0 % или их суммы более 5,0 % к раствору, приготовленному по 4.4.2, приливают в избыток 10 см³ раствора 1,10-фенантролина или 2,2'-дипиридила.

4.4.4 При соотношении в пробе массовых долей меди и железа более чем 100:1 медь дополнительно отделяют на металлическом свинце.

Для этого аликвотную часть раствора, приготовленного по 4.4.1.1 или 4.4.1.2, переносят в стакан вместимостью 100 см³ и разбавляют водой до объема 30 см³. В раствор помещают свинцовую ленту площадью 3—4 см² и кипятят при слабом нагревании в течение 5—8 мин. Свинцовую ленту с осажженной на ней медью удаляют из раствора, промывают водой в тот же стакан, раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Объем раствора в колбе должен быть 50—60 см³. Продолжение анализа — по 4.4.2 и 4.4.3.

4.4.5 Оптическую плотность раствора измеряют через 30 мин при длине волны 510 нм в кювете с толщиной слоя 20 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, приготовленный по 4.4.1.1 или 4.4.1.2, 4.4.2—4.4.4 со всеми используемыми в ходе анализа реактивами.

Массу железа определяют по градуировочному графику.

4.4.6 Построение градуировочного графика

В девять из десяти мерных колб вместимостью 100 см³ каждая отмеряют 2,5; 5,0 см³ раствора Б; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0 см³ раствора А, что соответствует 0,000025; 0,00005; 0,0001; 0,00015; 0,0002; 0,00025; 0,0003; 0,00035; 0,0004 г железа. К растворам приливают воду до объема 50 см³, 25 см³ смеси реактивов, добавляют в избыток 10 см³ раствора 1,10-фенантролина или 2,2'-дипиридила, если график предназначен для проб по 4.4.3, затем доливают водой до метки и перемешивают. Раствором сравнения служит раствор, в который не введено железо.

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

4.5 Обработка результатов

4.5.1 Массовую долю железа X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{m_1} \cdot 100, \quad (1)$$

где m — масса железа в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески пробы в аликвотной части раствора, г.

4.5.2 Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в таблице 2.

Т а б л и ц а 2

В процентах

| Массовая доля железа | Абсолютное допускаемое расхождение | |
|--------------------------|--------------------------------------|---------------------|
| | результатов параллельных определений | результатов анализа |
| От 0,010 до 0,030 включ. | 0,004 | 0,006 |
| Св. 0,030 » 0,100 » | 0,006 | 0,010 |
| » 0,10 » 0,30 » | 0,01 | 0,02 |
| » 0,30 » 0,50 » | 0,02 | 0,03 |
| » 0,50 » 1,00 » | 0,04 | 0,06 |
| » 1,00 » 2,00 » | 0,08 | 0,10 |

5 Атомно-абсорбционный метод определения железа

5.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в растворе соляной кислоты в присутствии пероксида водорода и измерении атомной абсорбции железа при длине волны 248,3 нм в пламени ацетилен-воздух.

5.2 Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для железа.

Печь муфельная.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1,19 г/см³, растворы 1:1 и 1:99.

Никель (II) хлорид по ГОСТ 4038, раствор 1 г/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см³.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 50 г/дм³: 25 г алюминия помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, добавляют 1—2 см³ раствора хлорида никеля (II), небольшими порциями 275 см³ раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют при умеренном нагревании. В раствор приливают 1 см³ пероксида водорода и кипятят его в течение 5 мин.

Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Железо реактивное (восстановленное).

Стандартный раствор железа А — по 4.2.

1 см³ раствора содержит 0,0001 г железа.

5.3 Подготовка к анализу

Перед проведением анализа стружку пробы отмагничивают.

5.4 Проведение анализа

5.4.1 Навеску пробы массой в соответствии с таблицей 3 помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ воды и осторожно, небольшими порциями, 30 см³ раствора соляной кислоты 1:1. Колбу нагревают до растворения навески, добавляют 3—5 капель пероксида водорода и кипятят раствор в течение 3—5 мин.

Т а б л и ц а 3

| Массовая доля железа, % | Масса навески пробы, г | Объем аликвотной части раствора, см ³ | Объем раствора соляной кислоты 1:1, см ³ | Масса навески пробы в аликвотной части раствора, г |
|-------------------------|------------------------|--|---|--|
| От 0,005 до 0,10 включ. | 1 | Весь раствор | — | 1 |
| Св. 0,10 » 1,0 » | 0,5 | 20 | 1 | 0,1 |
| » 1,0 » 2,0 » | 0,5 | 10 | 3 | 0,05 |

5.4.1.1 Если раствор прозрачен, его переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

5.4.1.2 Если остается осадок, указывающий на наличие кремния, раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см³ через фильтр средней плотности («белая лента»), промывая фильтр 2—3 раза горячим раствором соляной кислоты 1:99 порциями по 5—10 см³, и собирают фильтрат в ту же колбу (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, не допуская воспламенения, и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 2—3 мин. После охлаждения добавляют в тигель пять капель серной кислоты, 5 см³ фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту (приблизительно 1 см³) до получения прозрачного раствора.

Раствор выпаривают досуха, охлаждают, приливают к сухому остатку в тигле 10 см³ раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют его при умеренном нагревании. Раствор охлаждают, при необходимости фильтруют через маленький плотный фильтр («синяя лента») и присоединяют к основному раствору в мерной колбе вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

5.4.2 Аликвотную часть раствора в соответствии с таблицей 3 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, приливают раствор соляной кислоты 1:1 в соответствии с таблицей 3, доливают водой до метки и перемешивают.

5.4.3 Раствор контрольного опыта готовят по 5.3.1 и 5.3.2, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

5.4.4 Построение градуировочного графика

5.4.4.1 При массовой доле железа от 0,005 до 0,10 %

В восемь мерных колб вместимостью 100 см³ каждая приливают по 20 см³ раствора алюминия, в семь из них отмеряют 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008; 0,001 г железа.

5.4.4.2 При массовой доле железа от 0,10 до 1,0 %

В семь мерных колб вместимостью 100 см³ каждая приливают по 2 см³ раствора алюминия, по 5 см³ раствора соляной кислоты 1:1, в шесть из них отмеряют 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,0001; 0,0002; 0,0004; 0,0006; 0,0008; 0,001 г железа.

5.4.4.3 При массовой доле железа от 1,0 до 2,0 %

В семь мерных колб вместимостью 100 см³ каждая приливают по 1 см³ раствора алюминия, по 5 см³ раствора соляной кислоты 1:1, в шесть из них отмеряют 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,0005; 0,0006; 0,0007; 0,0008; 0,0009; 0,001 г железа.

5.4.4.4 Растворы, полученные по 5.4.4.1—5.4.4.3, доливают водой до метки и перемешивают.

5.4.5 Растворы пробы, контрольного опыта и растворы для построения градуировочного графика распыляют в окислительное пламя ацетилен-воздух и измеряют атомную абсорбцию железа при длине волны 248,3 нм.

По полученным значениям атомной абсорбции и соответствующим им массовым концентрациям железа строят градуировочный график в координатах: «Значение атомной абсорбции — массовая концентрация железа, г/см³». Раствор, в который не введено железо, служит раствором контрольного опыта при построении градуировочного графика.

Массовую концентрацию железа в растворе пробы и растворе контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

5.5 Обработка результатов

5.5.1 Массовую долю железа X_1 , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(C_1 - C_2) V}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

где C_1 — массовая концентрация железа в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, г/см³;

C_2 — массовая концентрация железа в растворе контрольного опыта, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем раствора пробы, см³;

m — масса навески пробы или масса навески пробы в аликвотной части раствора, г.

5.5.2 Расхождения результатов не должны превышать значений, указанных в таблице 4.

| Массовая доля железа | Абсолютное допустимое расхождение | |
|--------------------------|--------------------------------------|---------------------|
| | результатов параллельных определений | результатов анализа |
| От 0,005 до 0,010 включ. | 0,002 | 0,003 |
| Св. 0,010 » 0,030 » | 0,004 | 0,005 |
| » 0,030 » 0,100 » | 0,006 | 0,010 |
| » 0,10 » 0,30 » | 0,01 | 0,02 |
| » 0,30 » 0,50 » | 0,02 | 0,03 |
| » 0,50 » 1,00 » | 0,04 | 0,06 |
| » 1,00 » 2,00 » | 0,08 | 0,10 |

УДК 669.715.001.4:006.354
ОКСТУ 1709

МКС 77.120.10

В59

Ключевые слова: сплавы алюминиевые, методы определения железа, реактивы, растворы, анализ

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Подписано в печать 23.08.2005. Формат 60x84¹/₈. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 0,93.
Уч.-изд.л. 0,80. Тираж 25 экз. Зак. 142. С 1699.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано в ИПК Издательство стандартов на ПЭВМ.
Отпечатано во ФГУП «Стандартинформ»