МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения железа

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

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
© Стандартинформ, 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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

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′-дипиридилом при pH 4,5 и измерении оптической плотности раствора при длине волны 510 нм.

Издание официальное

Мешающее влияние меди, цинка и никеля, образующих с 1,10-фенантролином или 2,2′-дипиридилом 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 pH 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 $см^3$, приливают небольшими порциями 20 $см^3$ раствора гидроокиси натрия и растворяют сначала при комнатной температуре, затем выпаривают при умеренном нагревании до получения густой сиропообразной консистенции. Стенки стакана обмывают 20—25 $см^3$ воды, приливают осторожно, небольшими порциями при непрерывном перемешивании, 20 $см^3$ раствора соляной кислоты молярной концентрации 10 моль/$дм^3$ и кипятят в течение 3—5 мин до получения прозрачного раствора, доливают 20—25 $см^3$ 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 $см^3$, 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 $см^3$. Если аликвотная часть равна 50 $см^3$, помещают в раствор бумагу конго, добавляют по каплям раствор аммиака до появления сине-сиреневой окраски бумаги конго. Затем приливают 25 $см^3$ 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 $см^3$ 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 $см^3$ и разбавляют водой до объема 30 $см^3$. В раствор помещают свинцовую ленту площадью 3—4 $см^2$ и кипятят при слабом нагревании в течение 5—8 мин. Свинцовую ленту с осажденной на ней медью удаляют из раствора, промывают водой в тот же стакан, раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Объем раствора в колбе должен быть 50—60 $см^3$. 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 $см^3$ каждая отмеряют 2,5; 5,0 $см^3$ раствора Б; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0 $см^3$ 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 $см^3$, 25 $см^3$ смеси реактивов, добавляют в избыток 10 $см^3$ 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

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

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.

Таблица 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/см^3, растворы 1:1 и 1:99.

Никель (II) хлорид по ГОСТ 4038, раствор 1 г/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см^3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,35—1,40 г/см^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929.

Алюминий по ГОСТ 11069 марки А999.

Раствор алюминия 50 г/дм^3: 25 г алюминия помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 1—2 см^3 раствора хлорида никеля (II), небольшими порциями 275 см^3 раствора соляной кислоты 1:1 и растворяют при умеренном нагревании. В раствор приливают 1 см^3 пероксида водорода и кипятят его в течение 5 мин.

Охлажденный раствор переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Железо реактивное (восстановленное).

Стандартный раствор железа А — по 4.2.

1 см^3 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 см^3, приливают 30 см^3 воды и осторожно, небольшими порциями, 30 см^3 раствора соляной кислоты 1:1. Колбу нагревают до растворения навески, добавляют 3—5 капель пероксида водорода и кипятят раствор в течение 3—5 мин.

Таблица 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

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

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.

Таблица 4

В процентах

Массовая доля железа	Абсолютное допускаемое 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 МКС 77.120.10 В59
ОКСТУ 1709

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 60x84 1/8. 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.
gost.e-ecolog.ru
Набрано в ИПК Издательство стандартов на ПЭВМ.
Отпечатано во ФГУП «Стандартинформ»

gost.e-ecolog.ru