УДК 669.715:543.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения железа

Aluminium casting and deformable alloys.
Methods for determination of iron

ГОСТ 11739.6—82*
(СТ СЭВ 5512—86)

Взамен
ГОСТ 11739.6—78

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 6 июля 1982 г. № 2602 срок действия установлен

с 01.07.83
до 01.07.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения железа (при массовой доле железа от 0,001 до 2 %), атомно-абсорбционный метод (при массовой доле железа от 0,005 до 2,0 %).

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 5512—86.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—87.

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

1.3. Для контроля правильности результатов анализа одновременно с анализируемыми пробами в тех же условиях анализируют стандартный образец (СО) в двух параллельных навесках (массовая доля железа в стандартном образце и анализируемых пробах не должна отличаться более чем в два раза).

За массовую долю анализируемого компонента в стандартном образце принимают среднее арифметическое значение.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

** Переиздание (ноябрь 1989 г.) с Изменением № 1, утвержденным в октябре 1987 г. (ИУС 1—88)*

gost.e-ecolog.ru

Анализ считают правильным, если массовая доля железа в стандартном образце отличается от аттестованной величины в свидетельстве на СО не более чем на величину допускаемых расхождений для данной массовой доли железа. Если указанное выше соотношение не выполняется, то проведение анализов по данному методу прекращают до выяснения и устранения причин, вызвавших наблюдаемое отклонение.

1.4. Контроль правильности результатов анализа проводят с использованием Государственных стандартных образцов состава сплавов алюминиевых по Государственному реестру средств измерений или методом добавок по ГОСТ 25086—87.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА

2.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте, или в растворе гидроокиси натрия, восстановлении трехвалентного железа до двухвалентного солянокислым гидроксиламином, образовании оранжевого комплекса двухвалентного железа с 1, 10-фенантролином при pH 4,5 и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 510 нм.

2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, *d*, 1,19 растворы 1:1, 1:4.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, *d* 1,84, раствор 1 : 1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, *d* 1,35—1,40.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, 40 %-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор 200 г/дм^3. Раствор готовят и сохраняют в полиэтиленовой посуде.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, *d* 0,91, раствор 1:4.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 30 %-ный раствор.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, раствор 100 г/дм^3.

Индикатор конго красный: 0,1 г реагента растворяют в 100 см^3 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.

1, 10-фенантролин, раствор 2,5 г/дм^3: 0,25 г реактива растворяют при слабом нагревании в приблизительно 80 см^3 воды и 2 см^3 раствора соляной кислоты 1:1. После охлаждения раствор разбавляют до объема 100 см^3.

Раствор можно готовить и из хлористоводородного 1, 10-фенантролина, в этом случае при растворении реактива соляную кислоту не добавляют.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, *d* 1,05.

Буферный раствор (pH 4,5):272 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см³ воды, добавляют 240 см³ уксусной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Свинец в виде проволоки или ленты с содержанием железа не более 0,001 % по ГОСТ 3778—77.

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 растворяют при нагревании, добавляя по каплям 0,5 см³ перекиси водорода. После растворения раствор кипятят в течение 3—5 мин до полного удаления избытка перекиси водорода, охлаждают до комнатной температуры, ополаскивают водой часовое стекло в стакан, в котором проводили растворение, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,0001 г железа.

Раствор Б: 25 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, приливают 10 см³ раствора соляной кислоты 1:1, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г железа.

2.3. Подготовка к анализу

Перед проведением анализа стружку пробы отмагничивают.

2.4. Проведение анализа

2.4.1. Растворение навески пробы массой 1 г при массовой доле железа менее 0,4 % и 0,5 г при массовой доле железа 0,4 % и более, а также в зависимости от массовой доли кремния в пробе проводят одним из следующих способов.

2.4.1.1. *При массовой доле кремния до 2 %*

Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ раствора соляной кислоты 1:1 и накрывают колбу часовым стеклом или воронкой. После окончания бурной реакции добавляют 1 см³ раствора перекиси водорода, нагревают и кипятят до растворения навески, затем обмывают стекло и стенки колбы водой. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают водой до метки и перемешивают. Если раствор непрозрачный, то перед отбором аликвотной части его фильтруют через сухой плотный фильтр («синяя лента») в сухую колбу, отбрасывая первые порции фильтрата.

2.4.1.2. *При массовой доле кремния свыше 2 %*

Навеску помещают в серебряную, никелевую чашку или в теф-

ионовый стакан, приливают приблизительно 5 см³ воды, затем при охлаждении небольшими порциями 20 см³ раствора гидроокиси натрия. В процессе растворения чашку или стакан прикрывают крышкой. После прекращения бурной реакции раствор осторожно нагревают до просветления и добавляют несколько капель перекиси водорода. По растворении пробы крышку и стенки чашки или стакана ополаскивают примерно 20 см³ воды, раствор упаривают до сиропообразного состояния, остаток при нагревании растворяют в 30 см³ воды, охлаждают и переносят в низкий стакан вместимостью 400 см³, содержащий 20 см³ раствора серной кислоты, и кипятят в течение 5 мин до просветления. Полученный раствор, если он не прозрачен, фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в стакан или коническую колбу вместимостью 250 см³ (основной раствор).

2.4.2. Осадок на фильтре промывают шесть раз горячей водой порциями по 15—20 см³. Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, подсушивают, озоляют и прокаливают при температуре 500—600 °С. После охлаждения к остатку добавляют четыре капли серной кислоты в зависимости от массовой доли кремния, 5—10 см³ фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту до просветления раствора. Содержимое тигля выпаривают досуха, затем прокаливают при температуре 500—600 °С. Тигель с остатком охлаждают, добавляют 3—5 см³ раствора соляной кислоты 1:4 и растворяют остаток при нагревании: полученный раствор присоединяют к основному раствору. Если все же раствор содержит нерастворимый в соляной кислоте остаток, то его фильтруют через плотный фильтр («синяя лента») небольшого размера. Фильтр 3—4 раза промывают горячей водой.

2.4.3. Раствор комнатной температуры, полученный одним из вышеуказанных способов, при массовой доле железа до 0,01 % фотометрируют из всей навески в мерной колбе вместимостью 100 см³; при массовой доле железа свыше 0,01 % переносят в мерную колбу согласно табл. 1, доводят водой до метки и перемешивают.

Таблица 1

Массовая доля железа, %	Объем мерной колбы, см³	Объем аликвотной части, см³
От 0,001 до 0,01 включ.	—	Весь раствор
Св. 0,01 » 0,05 »	100	25
» 0,05 » 0,2 »	250	25
» 0,2 » 0,4 »	250	10
» 0,4 » 1,0 »	250	10—5
» 1,0 » 2,0 »	250	5—2,5

2.4.4. При массовой доле меди свыше 0,5 % ее отделяют. Для этого аликвотную часть раствора согласно табл. 1 помещают в стакан вместимостью 100 см³ и разбавляют водой до объема 30 см³. В раствор опускают свинцовую проволоку или ленту и кипятят при слабом нагревании в течение 5—8 мин. Свинцовую проволоку или ленту удаляют из раствора, промывают водой, раствор охлаждают, фильтруют через фильтр средней плотности («белая лента») в мерную колбу вместимостью 100 см³, стакан и фильтр промывают водой. Объем раствора в колбе должен быть приблизительно 50 см³.

2.4.5. К аликвотной части раствора (табл. 1) в мерной колбе вместимостью 100 см³ приливают 5 см³ раствора солянокислого гидроксиламина, помещают бумагу конго. Затем добавляют по каплям при перемешивании раствор аммиака до появления красно-сиреневого цвета бумаги конго и легкой мути, которую растворяют несколькими каплями соляной кислоты 1:4 (при этом цвет бумаги конго становится сине-сиреневым), приливают 10 см³ раствора 1, 10-фенантролина и 15 см³ буферного раствора. Если массовая доля цинка и никеля превышает 5 %, то вместо 10 см³ приливают 20 см³ раствора 1, 10-фенантролина. Раствор доливают водой до метки и перемешивают.

2.4.6. Оптическую плотность раствора измеряют через 20 мин при длине волны 510 нм, в кювете толщиной слоя 50 мм при массовой доле железа от 0,0001 до 0,1 % и 20 мм при массовой доле железа свыше 0,1 %.

2.4.7. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, который готовят по п. 2.4.1 со всеми используемыми в анализе реактивами (нейтрализацию проводят по бумаге конго).

2.4.8. Массовую долю железа рассчитывают по градуировочному графику.

2.4.8.1. Для построения градуировочного графика в шесть из семи мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,00001; 0,00002; 0,00005, 0,0001; 0,00015 и 0,0002 г железа. В первую и вторую колбы добавляют по 3,0 см³ раствора соляной кислоты 1:1, в третью — 2,5 см³, четвертую — 1,5 см³, пятую — 1,0 см³, в шестую — раствор соляной кислоты не добавляют.

Растворы в колбах доливают водой приблизительно до 50 см³ и далее поступают по п. 2.4.1. Раствор седьмой колбы, содержащий 3 см³ раствора соляной кислоты 1:1, не содержащий железа, служит раствором контрольного опыта при построении градуировочного графика.

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

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю железа (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot V}{m_1 \cdot V_1} \cdot 100,$$

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

V — объем раствора пробы, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора пробы, см³;

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

2.5.2. Расхождения результатов двух параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля железа, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %
От 0,001 до 0,005 включ.	0,0005
Св. 0,005 » 0,01 »	0,001
» 0,01 » 0,05 »	0,003
» 0,05 » 0,10 »	0,005
» 0,10 » 0,25 »	0,01
» 0,25 » 0,5 »	0,02
» 0,5 » 1,0 »	0,05
» 1,0 » 2,0 »	0,08

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в соляной кислоте в присутствии перекиси водорода и последующем измерении атомной абсорбции железа при длине волны 248,3 нм в пламени ацетилен — воздух.

3.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Атомно-абсорбционный спектрометр с источником излучения для железа.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, d 1,19, раствор 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, d 1,35—1,40.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, d 1,84, раствор 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, 40 %-ный раствор.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—74.

Алюминий по ГОСТ 11069—74, марка А999.

Никель хлористый по ГОСТ 4038—79, раствор 2 г/дм³.

Раствор алюминия, 20 г/дм³: 10 г алюминия помещают в стакан вместимостью 600 см³, добавляют 300 см³ раствора соляной кислоты и растворяют при нагревании, добавляя 1 см³ раствора хлорис-

того никеля. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Железо реактивное (восстановленное).

Стандартные растворы железа по п. 2.2.

3.3. Подготовка к анализу

Перед проведением анализа стружку пробы отмагничивают.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. Навеску пробы массой 1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³ и приливают по частям 30 см³ раствора соляной кислоты. При необходимости для ускорения растворения добавляют 0,5 см³ раствора хлористого никеля. Стакан накрывают часовым стеклом. После прекращения бурной реакции раствор осторожно нагревают и добавляют несколько капель раствора перекиси водорода. После растворения избыток перекиси водорода удаляют кипячением, часовое стекло и стенки стакана ополаскивают водой.

Если раствор не прозрачен, то его фильтруют через плотный фильтр («синяя лента») в стакан вместимостью 250 см³. Осадок на фильтре 6—8 раз промывают горячей водой, собирая промывные воды в тот же стакан.

При массовой доле кремния свыше 1 % фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют, избегая воспламенения, затем прокаливают при температуре 500—600 °С. После охлаждения к остатку добавляют четыре капли раствора серной кислоты, в зависимости от содержания кремния — 5—10 см³ раствора фтористоводородной кислоты и по каплям азотную кислоту до просветления раствора. Раствор выпаривают досуха, затем прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 3—5 мин. После охлаждения остаток растворяют при нагревании в 1—2 см³ раствора соляной кислоты и 2—3 см³ воды, при необходимости фильтруют и присоединяют к основному фильтрату.

Полученный раствор при необходимости упаривают, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

В зависимости от массовой доли железа отбирают аликвотную часть раствора согласно табл. 3, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Таблица 3

Массовая доля железа, %	Объем аликвотной части раствора пробы, см³	Масса навески пробы в аликвотной части, раствора, г
От 0,005 до 0,05 включ.	Весь раствор	1,0
Св 0,05 » 0,2 »	25	0,25
» 0,2 » 0,5 »	10	0,1
» 0,5 » 1,0 »	5	0,05
» 1,0 » 2,0 »	2,5	0,025

Измеряют атомную абсорбцию железа в растворе пробы, растворе контрольного опыта и в растворах для построения градуировочного графика при длине волны 248,3 нм в пламени ацетилен — воздух.

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

3.4.2. Раствор контрольного опыта готовят согласно п. 3.4.1, используя вместо навески пробы навеску алюминия.

3.4.3. Построение градуировочного графика

3.4.3.1. *При массовой доле железа от 0,005 до 0,05 %.*

В семь мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют по 50 см³ раствора алюминия, в шесть из них приливают 5,0 см³ стандартного раствора Б и затем в пять — 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,00005; 0,00015; 0,00025; 0,00035; 0,00045 г железа.

3.4.3.2. При массовой доле железа свыше 0,05 до 0,5 %

В семь мерных колб вместимостью по 100 см³ отмеряют по 5 см³ раствора алюминия, по 10 см³ раствора соляной кислоты, затем в шесть из них приливают 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ стандартного раствора А, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г железа.

3.4.3.3. *При массовой доле железа свыше 0,5 %*

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

3.4.4. Затем растворы в колбах доливают водой до метки, перемешивают и измеряют атомную абсорбцию железа согласно п. 3.4.1. В качестве контрольных растворов используют растворы, в которые не введено железо. По полученным значениям атомных абсорбций и соответствующим им концентрациям железа строят градуировочный график.

Концентрацию железа в растворе пробы контрольного опыта определяют по градуировочному графику.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Массовую долю железа (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{m_1} \cdot 100,$$

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

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

V — объем конечного раствора пробы, $см^3$;

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

3.5.2. Расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Разд. 1—3 (**Измененная редакция, Изм. № 1**).

gost.e-ecolog.ru