Группа В09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЧУГУН ЛЕГИРОВАННЫЙ

Методы определения алюминия

ГОСТ 2604.13—82

Alloy cast iron.
Methods for determination of aluminium

МКС 77.080.10
ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 декабря 1982 г. № 4777 дата введения установлена

01.01.84

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт устанавливает методы определения алюминия:

гравиметрический (при массовой доле алюминия от 0,1 до 40,0 %) — с отделением фторидом натрия из слабокислого раствора, растворением осадка криолита в смеси борной и соляной кислот и осаждением алюминия ортооксихинолином;

фотометрический (при массовой доле алюминия от 0,01 до 0,2 %) — с отделением гидроокисью натрия и образованием окрашенного комплексного соединения алюминия с хромазуролом *S* и поливиниловым спиртом при pH = 6,2 ± 0,4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473—90.

1.2. Погрешность результата анализа (Δ) при доверительной вероятности 0,95 не превышает значений, приведенных в табл. 2, при выполнении условий:

расхождение результатов двух (трех) параллельных измерений не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения d_2 (d_3), приведенного в табл. 2;

воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли элемента не должно отличаться от аттестованного более чем на допускаемое (при доверительной вероятности 0,85) значение δ, приведенное в табл. 2.

Расхождение двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях (например, при внутрилабораторном контроле воспроизводимости) не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения $d_к$, приведенного в табл. 2.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1:4, 1:9, 1:100.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1988 г. (ИУС 7—88).

gost.e-ecolog.ru

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Аммоний лимоннокислый двузамещенный, раствор 0,4 г/см³.

Аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78, насыщенный при комнатной температуре раствор.

Раствор комплексообразователя: к 1 дм³ раствора двузамещенного лимоннокислого аммония прибавляют 1 дм³ насыщенного раствора щавелевокислого аммония и перемешивают.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76, растворы 0,005 и 0,035 г/см³.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75, насыщенный при комнатной температуре раствор.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Смесь борной и соляной кислот: к 300 см³ насыщенного раствора борной кислоты прибавляют 500 см³ соляной кислоты и 1,2 дм³ воды. Раствор перемешивают.

Метиловый красный (индикатор), спиртовой раствор 0,001 г/см³.

8-оксихинолин-орто, импортный, готовят следующим образом: 25 г оксихинолина растворяют в 50 см³ уксусной кислоты. Раствор переливают в колбу, содержащую 950 см³ воды, нагретой до 60 °С, перемешивают, охлаждают и фильтруют.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117—78, раствор 0,2 г/см³.

Жидкость промывная: к 1 дм³ теплой воды добавляют 10 см³ раствора уксуснокислого аммония 0,2 г/см³ и две капли раствора аммиака.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску чугуна в зависимости от массовой доли алюминия определяют по табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля алюминия, %	Масса навески, г
От 0,1 до 0,5	2,0
Св. 0,5 » 1,0	1,0
» 1,0 » 2,0	0,5
» 2,0 » 10,0	0,2
» 10,0 » 40,0	0,1

Навеску чугуна помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 25 см³ соляной кислоты, стакан накрывают часовым стеклом и умеренно нагревают до растворения навески. Затем, слегка сдвинув часовое стекло, осторожно, по каплям, прибавляют азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора и избыток ее 5—10 см³. Окисленный раствор нагревают до удаления окислов азота. Затем раствор охлаждают, осторожно приливают 10—15 см³ серной кислоты и выпаривают до появления паров серной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, осторожно приливают 80—100 см³ воды и нагревают до растворения солей.

После этого часовое стекло обмывают водой и осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на два фильтра «белая лента». Фильтр с осадком промывают четыре-пять раз горячей серной кислотой (1:100), собирая фильтрат и промывные воды в стакан вместимостью 400 см³. Фильтрат сохраняют (основной раствор), а фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, высушивают, озоляют и прокаливают при 900—1000 °С. Тигель с осадком охлаждают, осадок смачивают 2—3 каплями воды, добавляют 2—3 см³ серной кислоты, разбавленной 1:4, 3—5 см³ фтористоводородной кислоты. Содержимое тигля осторожно выпаривают до удаления паров серной кислоты, прокаливают при 900—1000 °С, охлаждают и остаток сплавляют с 2—3 г пиросернокислого калия. Плав выщелачивают 20—30 см³ серной кислоты (1:9) и полученный раствор присоединяют к основному раствору.

Приливают раствор аммиака до появления неисчезающего осадка гидроокисей металлов. Затем осторожно, по каплям, прибавляют серную кислоту до полного растворения осадка и избыток ее 4—5 капель.

После этого к раствору приливают 25 см³ раствора комплексообразователя, 60—80 см³ раствора фтористого натрия 0,035 г/см³ и перемешивают. Через 20 мин осадок криолита (при малом содержании алюминия осадок почти незаметен в растворе из-за близких коэффициентов преломления раствора и кристаллов осадка) отфильтровывают на два фильтра «синяя лента». Затем осадок промывают 10—15 раз раствором фтористого натрия 0,005 г/см³ и растворяют на фильтре 50—70 см³ кипящего раствора смеси борной и соляной кислот, собирая раствор в стакан, в котором проводилось осаждение. Фильтр промывают 5—6 раз горячей водой, собирая промывные воды в тот же стакан.

К полученному раствору прибавляют 2—3 капли раствора метилового красного, раствор аммиака до перехода окраски индикатора из красной в желтую, а затем по каплям соляную кислоту до перехода окраски индикатора в розовую и прибавляют избыток соляной кислоты 4—5 капель.

После этого поочередно приливают 20 см³ раствора ортооксихинолина, 10 см³ раствора уксуснокислого аммония, еще раз 25 см³ раствора уксуснокислого аммония и 5 см³ раствора аммиака (после прибавления каждого реактива раствор перемешивают).

Содержимое стакана нагревают до 60—70 °С и выдерживают при этой температуре в течение 10—15 мин до коагуляции осадка оксихинолята алюминия. Осадку дают отстояться в течение 30 мин при комнатной температуре.

Осадок оксихинолята алюминия отфильтровывают на два фильтра «белая лента» и промывают 8—10 раз промывной жидкостью. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный. На фильтр с осадком насыпают 2—3 г щавелевой кислоты, высушивают, озоляют при температуре не выше 400 °С и прокаливают при 1000—1100 °С до постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю алюминия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0{,}5292}{m} \cdot 100,$$

где m_1 — масса осадка окиси алюминия в анализируемой пробе, г;

m_2 — масса осадка окиси алюминия в контрольном опыте, г;

m — масса навески чугуна, г;

0,5292 — коэффициент пересчета окиси алюминия на алюминий.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности массовой доли алюминия приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля алюминия, %	Нормы точности и нормативы контроля точности, %				
	Δ	$d_к$	d_2	d_3	δ
От 0,01 до 0,02 включ.	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
Св. 0,02 » 0,05 »	0,005	0,006	0,005	0,006	0,003
» 0,05 » 0,10 »	0,007	0,008	0,007	0,008	0,004
» 0,10 » 0,20 »	0,020	0,024	0,021	0,025	0,013
» 0,20 » 0,5 »	0,03	0,04	0,03	0,04	0,02
» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,06	0,05	0,06	0,03
» 1,0 » 2,0 »	0,06	0,08	0,06	0,08	0,04
» 2,0 » 5,0 »	0,09	0,11	0,09	0,10	0,06
» 5,0 » 10 »	0,13	0,17	0,14	0,20	0,09
» 10 » 20 »	0,2	0,3	0,2	0,3	0,1
» 20 » 40 »	0,3	0,4	0,3	0,4	0,2

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Фотометрический метод определения легированного чугуна — по ГОСТ 12357—84.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru