

ЧУГУН ЛЕГИРОВАННЫЙ

Методы определения алюминия

ГОСТ
2604.13—82Alloy cast iron.
Methods for determination of aluminiumМКС 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 хромазуолом *S* и поливиниловым спиртом при $pH = 6,2 \pm 0,4$.

(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_k , 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).

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 комплексобразователя: 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 пироксернокислый 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.

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 окис-

лов 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 пироксернокислого калия. Плав выщелачивают 20—30 см³ серной кислоты (1:9) и полученный раствор присоединяют к основному раствору.

Приливают раствор аммиака до появления не исчезающего 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 комплексобразователя, 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_0	d_1	d_2	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).