

АЛЮМИНИЙ

Методы определения железа

Aluminium. Methods for determination of iron

ГОСТ

12697.7—77

Взамен

ГОСТ 12703—67

в части разд. 2

МКС 77.120.10
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.09.77 № 2315 дата введения установлена

01.01.79

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

Настоящий стандарт устанавливает методы определения железа в алюминии: фотометрический (при массовой доле железа от 0,0004 до 1,0 %); атомно-абсорбционный (при массовой доле железа от 0,005 до 1,0 %).

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 12697.1—77 и ГОСТ 25086—87.
(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

A. Фотометрический метод определения железа

Сущность метода состоит в растворении пробы электрохимическим путем или в соляной кислоте, восстановлении трехвалентного железа до двухвалентного гидроксиламином, образовании оранжевого комплекса двухвалентного железа с 1,10-фенантролином и последующем измерении оптической плотности раствора при длине волны 510 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56М, ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типов СФ-16, СФ-26 или аналогичного типа.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88* 2-го класса точности с погрешностью взвешивания 0,0002 г.

Лабораторный автотрансформатор (ЛАТР), типа ЛАТР-1М или селеновый выпрямитель, применивая электроды Фишера.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, разбавленная 1:1, 1:4, 1:2.

Кислота соляная особой чистоты по ГОСТ 14261—77, 4 моль/дм³ раствор.

Индикаторная бумага конго.

Аммиак по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:4.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456—79, свежеприготовленный раствор с массовой долей 10 %.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

*Издание с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в декабре 1980 г.,
ноябрь 1985 г., мае 1987 г., мае 1988 г. (ИУС 3—81, 2—86, 8—87, 8—88).*

С. 2 ГОСТ 12697.7—77

При анализе алюминия высокой чистоты гидроксиламин перекристаллизовывают, для этого к насыщенному при нагревании раствору гидроксиламина прибавляют двойное по объему количество этилового спирта. Образовавшиеся кристаллы отфильтровывают и сушат на воздухе между беззольными фильтрами.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78 и 2 моль/дм³ раствор.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300—87.

Ортофенантролин, раствор с массовой долей 0,25 % готовят растворением 0,25 г реактива при слабом нагревании в 100 см³ воды.

Железо металлическое, полученное карбонильным способом.

Стандартные растворы железа.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,2 г железа растворяют в 10 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают или 0,2860 г предварительно прокаленного при температуре 500—600 °C оксида железа растворяют при нагревании в 50 см³ раствора соляной кислоты 1:1, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,2 мг железа (Fe).

Раствор Б; готовят перед употреблением следующим образом: пипеткой отбирают 25 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора Б содержит 0,05 мг железа (Fe).

Раствор В; готовят перед употреблением следующим образом: пипеткой отбирают 25 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора В содержит 0,005 мг железа (Fe).

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Ацетатный буферный раствор готовят следующим образом: 272 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см³ воды, добавляют 240 см³ уксусной кислоты и водой доливают до объема 1000 см³.

Никель хлористый по ГОСТ 4038—79, раствор с массовой долей 0,2 %.

Ртуть металлическая по ГОСТ 4658—73.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76.

Железа оксид.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3, 4).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. При массовой доле кремния до 0,5 % навеску алюминия массой 0,5—1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 1 см³ раствора пероксида водорода и накрывают стакан часовым стеклом.

После окончания бурной реакции нагревают до растворения навески, затем обмывают стекло и стенки стакана водой. После охлаждения переводят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Если раствор мутный, его фильтруют через сухой беззольный фильтр «синяя лента». Отбрасывают первые порции фильтрата, собирая раствор в сухую колбу.

Отбирают пипеткой 5—50 см³ раствора в зависимости от предполагаемой массовой доли железа в мерную колбу вместимостью 100 см³.

Разбавляют раствор водой до 50 см³, добавляют 3 см³ раствора гидроксиламина, и контролируют pH раствора с помощью индикаторной бумаги, если необходимо, то устанавливают pH раствора между 3,0—3,5, используя раствор аммиака, разбавленного 1:5, или раствор соляной кислоты, разбавленной 1:4, затем добавляют 10 см³ буферного раствора, 5 см³ раствора ортофенантролина, доливают до метки водой и перемешивают.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волн 510 нм.

Раствором сравнения служит вода.

Одновременно проводят контрольный опыт. Для этого 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и 1 см³ пероксида водорода выпаривают до объема 3—5 см³, разбавляют водой, переводят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Отбирают аликвот-

ную часть раствора, соответствующую аликвотной части испытуемого раствора, в мерную колбу вместимостью 100 см³ и проводят анализ, как указано выше.

Массу железа определяют по значению оптической плотности анализируемого раствора по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3, 4).

3.2. При растворении алюминия высокой чистоты в соляной кислоте применяют метод электрохимического растворения или метод растворения пробы алюминия в присутствии катализатора.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2.1. Пробу алюминия, изготовленную в виде двух стержней, очищают кипячением в соляной кислоте, разбавленной 1:1, в течение 10 мин. Затем промывают стержни водой, высушивают при температуре 100 °С и после охлаждения взвешивают.

В кварцевый стакан вместимостью 150 см³ наливают 30 см³ 4 моль/дм³ раствора соляной кислоты особой чистоты.

Стержни закрепляют в держатели из алюминия высокой чистоты или титана, которые присоединяют к клеммам ЛАТРа. Затем стержни погружают в стакан с кислотой, включают ЛАТР в сеть и растворяют пробу в интервале напряжения 10—20 В в течение 15 мин. Допускается разложение пробы проводить с помощью селенового выпрямителя, применения электроды Фишера.

В течение этого времени растворяется около 1 г алюминия. Затем отключают ЛАТР, отсоединяют стержни, промывают их водой, высушивают при температуре 100 °С и взвешивают.

По разности масс определяют количество растворившегося алюминия. Раствор выпаривают до образования влажных солей.

Остаток растворяют в 10 см³ воды при нагревании до получения прозрачного раствора. Раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³. Затем добавляют 2 см³ раствора гидроксиламина, 3 см³ раствора уксуснокислого натрия и 3 см³ раствора ортофенантролина, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Измерение оптической плотности раствора производят, как указано в п. 3.1.

Одновременно проводят контрольный опыт. Для этого в кварцевый стакан вместимостью 150 см³ помещают 30 см³ 4 моль/дм³ раствора соляной кислоты, выпаривают до объема 0,5 см³, разбавляют небольшим количеством воды и переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³. Затем анализ проводят, как указано выше.

Массу железа определяют по значению оптической плотности анализируемого раствора по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3, 4).

3.2.2. Растворение пробы алюминия в присутствии катализатора проводится следующим образом: 1 г пробы в виде стружки, предварительно очищенной погружением в раствор соляной кислоты 1:4, растворяют в стакане вместимостью 250 см³, накрытом часовым стеклом, в 15 см³ раствора соляной кислоты 1:1 с добавлением 1 см³ раствора хлористого никеля или одной капли ртути. После растворения пробы раствор выпаривают до объема 7—8 см³, разбавляют водой до объема 50—60 см³, переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и проводят анализ, как указано в п. 3.1.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

3.3. Построение градуировочных графиков

3.3.1. График 1

В мерные колбы вместимостью 100 см³ приливают из микробюrette 0; 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,025; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25; 0,30 мг железа. Добавляют в каждую колбу по 2 см³ 4 моль/дм³ раствора соляной кислоты и разбавляют водой до 50 см³. Добавляют 3 см³ раствора гидроксиламина и контролируют pH раствора с помощью индикаторной бумаги, если необходимо, устанавливают pH раствора между 3,0—3,5, используя раствор аммиака, разбавленного 1:5, затем добавляют 10 см³ буферного раствора, 5 см³ раствора ортофенантролина и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1. Раствором сравнения служит раствор, в который железо не добавлялось. По полученным значениям оптических плотностей и известным массам железа строят градуировочный график 1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.2. График 2

В мерные колбы вместимостью 25 см³ приливают из микробюrette 0; 0,5; 1; 2; 3; 4 см³ раствора Б, что соответствует 0; 0,0025; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020 мг железа.