НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

ГОСТ 11739.6—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПЛАВЫ АЛЮМИНИЕВЫЕ ЛИТЕЙНЫЕ И ДЕФОРМИРУЕМЫЕ

Методы определения железа

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

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/см^3, растворы 1:1, 1:99 и раствор 10 моль/дм^3: 820 см^3 соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3 доливают до объема 1000 см^3, охлаждают и перемешивают.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор 200 г/дм^3. 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 см^3 воды, охлаждают, доливают водой до объема 100 см^3.

2,2′-дипиридил: 0,25 г реагента растворяют в 100 см^3 воды.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, раствор 100 г/дм^3.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199.

Кислота уксусная по ГОСТ 61 плотностью 1,05 г/см^3.

Буферный раствор с pH 4,5: 272 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см^3 воды, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 240 см^3 уксусной кислоты, доливают водой до метки и перемешивают.

Смесь реактивов: смешивают 100 см^3 раствора гидрохлорида гидроксиламина, 100 см^3 раствора 1,10-фенантролина или 2,2′-дипиридила и 300 см^3 буферного раствора. Смесь реактивов хранят в посуде из темного стекла не более одного месяца.

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.

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 см^3, приливают 50 см^3 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 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,0001 г железа.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 2 см^3 раствора соляной кислоты 1:1, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см^3 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 см^3, приливают 15 см^3 раствора соляной кислоты 1:1, накрывают часовым стеклом или воронкой и растворяют при умеренном нагревании, обмывают стенки колбы 10 см^3 воды и кипятят в течение 5 мин. К охлажденному до комнатной температуры раствору приливают воду до объема 50 см^3 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 см^3, доливают водой до метки и перемешивают.