

**СИЛУМИН В ЧУШКАХ****Методы определения железа**Aluminium-silicon alloy ingots.  
Methods for determination of iron**ГОСТ****1762.2-71**

ОКСТУ 1709

**Срок действия****с 01.01.73****до 01.07.95****Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения железа (при массовой доле железа от 0,15 до 1,0 %) в силумине в чушках.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методу анализа—по ГОСТ.1762.0—71.

**ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного в оранжево-красный цвет комплексного соединения железа (II) с *o*-фенантролином или  $\alpha$ ,  $\alpha'$ -дипиридилом после предварительного восстановления железа гидрохлоридом гидроксиламина до двухвалентного состояния.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

**2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

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

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 30 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1:1.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, раствор с массовой долей 25 %; готовят следующим образом: 250 г кристаллической соли растворяют в воде, фильтруют и разбавляют водой до 1 дм<sup>3</sup>.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, свежеприготовленный раствор с массовой долей 10%.

Ортофенантролин, раствор с массовой долей 0,25%; готовят следующим образом: 0,25 г реактива растворяют при слабом нагревании в 100 см<sup>3</sup> воды.

*α, α'-дипиридилил, раствор с массовой долей 0,25%:*

0,25 мг реактива растворяют при слабом нагревании в 100 см<sup>3</sup> воды.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Железо карбонильное по ГОСТ 13610—79.

Стандартные растворы железа

Раствор А: 1,0000 г железа растворяют в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1. В конце растворения приливают 1—2 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, для окисления железа и выпаривают до влажных солей. Соли растворяют в 20 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, и раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 1 мг железа.

Раствор Б, готовят (перед применением): 25 см<sup>3</sup> раствора А переносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,05 мг железа.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску силумина массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и приливают 20 см<sup>3</sup> раствора гидроокси натрия. После окончания бурной реакции раствор нагревают до полного растворения сплава, разбавляют водой и осторожно прибавляют 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор нагревают до просветления. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

В зависимости от содержания железа отбирают аликовтную часть 10—25 см<sup>3</sup> в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Раствор разбавляют водой до 50 см<sup>3</sup>, приливают 5 см<sup>3</sup> раствора гидроксиламина, 10 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого натрия (бумажка конго в этом случае окрашивается в красный цвет) и 10 см<sup>3</sup> раствора ортофенантролина или *α, α'-дипиридила*. Раствор разбавляют до метки водой, перемешивают и через 30 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 510 нм.

Раствором сравнения служит вода.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По величине оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта определяют массу железа по градуировочному графику.

### 3.2. Построение калибровочного графика

В семь мерных колб вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25 и 0,30 мг железа и разбавляют водой до 50—60 см<sup>3</sup>. Затем прибавляют по 5 см<sup>3</sup> гидрохлорида, по 10 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого натрия, по 5 см<sup>3</sup> раствора ортофенантролина или  $\alpha$ ,  $\alpha'$ -дипиридила доливают до метки водой, перемешивают и далее проводят анализ, как указано в п. 3.1. Раствором сравнения служит раствор, в который железо не добавляли.

По найденным значениям оптической плотности и известным массам железа в растворах строят градуировочный график.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{v_1 \cdot m \cdot 1000},$$

где  $m_1$  — масса железа, найденная по градуировочному графику, мг;

$V$  — общий объем раствора, см<sup>3</sup>;

$v_1$  — объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески силумина, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля железа, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,15 до 0,40 включ.	0,02	0,03
Св. 0,40 > 1,00 >	0,03	0,04

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

Метод основан на измерении атомной абсорбции железа при распылении растворов проб в пламя ацетилен-воздух при длине волны 248,8 нм.

### 5. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Спектрометр атомно-абсорбционный модели Перкин-Эльмер, «Сатурн» или аналогичный.

Лампа полного катода, предназначенная для определения железа.

Электропечь муфельная с терморегулятором, обеспечивающим температуру нагрева 1000°C.

Ацетилен в баллонах технический по ГОСТ 5457—75.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 3%.

Алюминий марки А999 по ГОСТ 11069—74.

Раствор алюминия А: 10,0 г алюминия помещают в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>, добавляют 250 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1 и растворяют при нагревании с добавлением 1 см<sup>3</sup> хлористого никеля. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,02 г алюминия.

Кремния двуокись по ГОСТ 9428—78.

Раствор кремния Б: 2,14 г тонко растертой в агатовой или из оргстекла ступке и предварительно прокаленной в течение 1 ч при температуре 1000°C двуокиси кремния сплавляют в платиновом тигле с 15 г углекислого натрия при температуре 900°C в течение 15 мин до получения прозрачного плава. Плав растворяют в воде при нагревании в платиновой, серебряной или никелевой чашке. Раствор охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают; хранят в полиэтиленовом сосуде.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,001 г кремния.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77.

Раствор оксида натрия В: 190 г высущенного при температуре 105°C в течение 30 мин хлористого натрия растворяют в воде. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора В содержит 0,1 г оксида натрия.

Железо в виде проволоки или карбонильное по ГОСТ 13610—79.

### Стандартные растворы железа

Раствор Д: 0,5000 г железа растворяют в 15 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1. В конце растворения приливают 1—2 см<sup>3</sup> азотной кислоты, разбавленной 1:1, для окисления железа и выпаривают до влажных солей. Соли растворяют в 10 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1, и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доливают водой до метки и перемешивают; готовят перед применением.

1 см<sup>3</sup> раствора Д содержит 0,001 г железа.

Раствор Е: отбирают пипеткой 50 см<sup>3</sup> раствора Д в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают; готовят перед применением.

1 см<sup>3</sup> раствора Е содержит 0,5 мг железа;

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 30%.

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

Метиловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,1%.

### 6. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1. Навеску пробы силумина массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> и приливают 20 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия. По окончании бурной реакции раствор нагревают на песчаной бане до полного растворения сплава, добавляют 70—80 см<sup>3</sup> воды и осторожно приливают 50 см<sup>3</sup> соляной кислоты, разбавленной 1:1. Раствор нагревают до просветления, прибавляют 1 см<sup>3</sup> пероксида водорода и кипятят 3—5 мин для разрушения ее избытка.

Раствор охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

Для определения железа раствор пробы распыляют в воздушно-ацетиленовое пламя спектрометра и измеряют абсорбцию при длине волны 248,8 нм.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт с добавлением 20 см<sup>3</sup> раствора алюминия А.

Массовую долю железа определяют по градуировочному графику с учетом контрольного опыта.

### 6.2. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью 250 см<sup>3</sup> приливают последовательно по 12,5 см<sup>3</sup> раствора А, по 7 см<sup>3</sup> раствора В и соответственно 0; 1,0; 1,5; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см<sup>3</sup> раствора Е, что со-

отвечает 0; 0,10; 0,15; 0,25; 0,50; 0,75; 1,0% массовой доле железа.

Растворы разбавляют водой до 100 см<sup>3</sup> и медленно при тщательном перемешивании приливают по 25 см<sup>3</sup> раствора Б, прибавляют 3—4 капли индикатора метилового оранжевого и по каплям соляную кислоту, разбавленную 1 : 1, до изменения окраски индикатора в красный цвет.

Затем растворы в колбах доводят до метки водой и перемешивают.

Приготовленные растворы фотометрируют на атомно-абсорбционном спектрометре одновременно с растворами проб, как указано в п. 6.1.

По полученным значениям атомной абсорбции растворов и известным массовым долям железа строят градировочный график.

## 7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Массовую долю железа в процентах находят по градировочному графику.

7.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в таблице.

Разд. 5—7. (Введены дополнительно, Изм. № 3).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

**1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

### **РАЗРАБОТЧИКИ СТАНДАРТА**

А. А. Костюков, Г. А. Романов, Н. М. Герцева, А. П. Нечитайлов, В. А. Лавров

**2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 08.10.77 № 141**

**3. Периодичность проверки — 5 лет**

**4. ВЗАМЕН ГОСТ 1762—51 (разд.III)**

**5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 83—79	Разд. 5
ГОСТ 199—78	Разд. 2
ГОСТ 1762.0—71	1.1
ГОСТ 3118—77	Разд. 2, 5
ГОСТ 4038—79	Разд. 5
ГОСТ 4233—77	Разд. 5
ГОСТ 4328—77	Разд. 2, 5
ГОСТ 4461—77	Разд. 2, 5
ГОСТ 5456—79	Разд. 2
ГОСТ 5457—75	Разд. 5
ГОСТ 9428—73	Разд. 5
ГОСТ 10929—76	Разд. 5
ГОСТ 11069—74	Разд. 5
ГОСТ 13610—79	Разд. 2, 5

**6. Срок действия продлен до 01.07.95 Постановлением Госстандарта СССР от 27.03.89 № 742**

**7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (май 1989 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в июле 1979 г., августе 1984 г., марте 1989 г. [ИУС 8—79, 12—84, 6—89]**